

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа ИЯТШ

Направление подготовки 14.04.02 «Ядерные физика и технологии»

Отделение ядерно-топливного цикла

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
«Автоматизация получения товарного десорбата урана на сорбционно-десорбционной колонне СДК-1500 с применением проточного аналитического прибора СРВ-1Н»

УДК 622.349:622.772:66.081.3

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0АМ81	Троеглазов Степан Валерьевич		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЯТЦ	Л.И. Дорофеева	к.ф.-м.н.		

Консультант

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Директор ТОО «ТехноАналит»	А.А. Веригин	к.ф.-м.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	И.В. Кащук	к.т.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Т.С. Гоголева	к.ф.-м.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Дорофеева Л.И.	к.ф.-м.н.		

Томск – 2020 г.

Планируемые результаты обучения по ООП

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
Профессиональные компетенции	
P1	Применять глубокие, математические, естественнонаучные, социально-экономические и профессиональные знания для теоретических и экспериментальных исследований в области технологий ядерно-топливного цикла, физики кинетических явлений, методов разделения жидких и газовых смесей, изотопных технологий и материалов в профессиональной деятельности.
P2	Ставить и решать инновационные инженерно-физические задачи, реализовывать проекты в области изотопных технологий и материалов, получения высокочистых веществ, переработки, утилизации и обезвреживания промышленных отходов.
P3	Создавать теоретические, физические и математические модели, описывающие явления и закономерности в области изотопных технологий и материалов, проводить исследования в области разделения молекулярных и изотопных смесей, получения высокочистых веществ.
P4	Разрабатывать новые алгоритмы и методы расчета каскадов для разделения молекулярных и изотопных смесей, эксплуатировать, проводить испытания, монтаж и настройку современных физических установок и устройств.
P5	Оценивать перспективы развития ядерной отрасли, анализировать радиационные риски и сценарии потенциально возможных аварий, разрабатывать меры по снижению рисков и обеспечению ядерной и радиационной безопасности руководствуясь законами и нормативными документами, составлять экспертное заключение
P6	Разрабатывать и внедрять новые виды продукции и технологий, проектировать и организовывать инновационный бизнес, формировать эффективную стратегию и активную политику риск-менеджмента на предприятии, применять методы оценки качества и результативности труда персонала, применять знание основных положений патентного законодательства и авторского права Российской Федерации.
P7	Демонстрировать глубокие знания социальных, этических и культурных аспектов инновационной профессиональной деятельности, использовать современные достижения и передовые технологии получения и применения изотопно-модифицированных материалов в профессиональной деятельности
P8	Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности.
P9	Активно владеть иностранным языком на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать результаты профессиональной деятельности.
P10	Эффективно работать индивидуально и в коллективе, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации.

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
 высшего профессионального образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа ИЯТШ

Направление подготовки 14.04.02 «Ядерная физика и технологии»

Отделение ядерно-топливного цикла

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Л.И.Дорофеева

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
0АМ81	Троеглазов Степан Валерьевич

Тема работы:

Автоматизация получения товарного десорбата урана на сорбционно-десорбционной колонне СДК-1500 с применением проточного аналитического прибора СРВ-1Н	
Утверждена приказом проректора-директора (директора) (дата, номер)	№ 62-51/с от 02.03.2020

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Задание. Литературные источники по переработке продуктивных растворов урана, методы определения содержания урана и нитрат-ионов.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	1. Обзор литературы. 2. Разработка метода экспресс-анализа концентрации урана по энергетическим спектрам характеристического рентгеновского излучения; 3. Разработка метода экспресс-анализа концентрации нитрат-ионов по энергетическим спектрам рассеянного рентгеновского излучения; 4. Проведение промышленных испытаний ПАП и запуск в промышленную эксплуатацию; 5. Экономический расчет. 6. Охрана труда и техника безопасности. 7. Выводы. Заключение.
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант

Описание объекта исследований	Доцент ОЯТЦ, к.ф.-м.н. Л.И. Дорофеева
Проточный аналитический прибор СРВ-1Н	
Анализ полученных данных	
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Доцент отделения социально-гуманитарных наук, к.т.н. Кащук И.В.
Социальная ответственность	Ассистент ОЯТЦ, к.ф.-м.н. Гоголева Т.С.
Часть на иностранном языке	Старший преподаватель отделения иностранных языков Смирнова У.А.
Названия разделов, которые должны быть написаны на иностранном языке:	
Introduction. Chapter 1. Analysis of modern technologies of the uranium mining industry of the Republic of Kazakhstan.	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
---	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЯТЦ	Л.И. Дорофеева	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM81	Троеглазов Степан Валерьевич		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ
И РЕСУРСОБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
0AM81	Троеглазов Степан Валерьевич

Школа	ИЯТШ	Отделение Школа	ЯТЦ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	14.04.02 «Ядерные физика и технологии»

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Норма амортизационных отчислений на специальное оборудование
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Отчисления во внебюджетные фонды 30 %
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Анализ конкурентных технических решений (НИ)	Анализ и оценка конкурентоспособности НИ. SWOT-анализ.
2. Формирование плана и графика разработки и внедрения (НИ)	Определение структуры выполнения НИ. Определение трудоемкости работ. Разработка графика проведения исследования.
3. Составление бюджета инженерного проекта (НИ)	Расчет бюджетной стоимости НИ
4. Оценка ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности (НИ)	Интегральный финансовый показатель. Интегральный показатель ресурсоэффективности. Интегральный показатель эффективности.
Перечень графического материала	
1. Оценка конкурентоспособности 2. Матрица SWOT 3. Оценка перспективности нового продукта 4. График разработки и внедрения ИП 5. Бюджет ИП 6. Основные показатели эффективности ИП	

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Кашук Ирина Вадимовна	к.т.н доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM81	Троеглазов Степан Валерьевич		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
0AM81	Троеглазов Степан Валерьевич

Школа	ИЯТШ	Отделение (НОЦ)	ОЯТЦ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	14.04.02 «Ядерная физика и технологии»

Тема ВКР:

Автоматизация получения товарного десорбата урана на сорбционно-десорбционной колонне СДК-1500 с применением проточного аналитического прибора СРВ-1Н	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Проточный аналитический прибор на основе рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного спектрометра СРВ-1Н предназначен для определения массовых содержаний урана и нитрат-ионов в технологических потоках уранодобывающих компаний.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	- Санитарные гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности» СП СЭТОРБ 2019, ОСП 72/84 (Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений), СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03;
2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	- превышение уровня шума; - недостаточная освещённость; - отклонение показателей микроклимата; - повышенный уровень электромагнитных излучений; - воздействие ионизирующего излучения; - психофизиологические факторы; - поражение электрическим током.
3. Экологическая безопасность:	- анализ воздействия на гидросферу и литосферу; - защита окружающей среды.
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	– выбор и описание возможных чрезвычайных ситуаций;

	– анализ наиболее вероятной ЧС возникновения пожара на рабочем месте; – меры и порядок действий во время ЧС.
--	--

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Гоголева Татьяна Сергеевна	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM81	Троеглазов Степан Валерьевич		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа включает в себя: 119 страниц, 44 таблицы, 21 рисунок, 26 библиотечных ссылок, 33 формулы, 1 приложение.

Ключевые слова: сорбционно-десорбционная колонна, сорбционно-напорная колонна, десорбирующий раствор, рентгенофлуоресцентный спектральный анализ, уран, нитрат-ионы, проточный аналитический прибор, спектрометр.

Объект исследования: проточный аналитический прибор на основе спектрометра СРВ-1Н.

Цель работы: разработка метода экспресс-анализа и узлов проточного аналитического прибора для определения концентрации урана и нитрат-ионов в движущемся технологическом потоке, а также проведение промышленных испытаний проточных аналитических приборов.

Проводился подбор оптимальных условий проведения экспресс-анализа урана в технологическом потоке, исследована возможность определения РСФА методом концентрации нитрат-ионов в движущемся технологическом потоке.

В результате исследования были разработаны: методы экспресс-анализа урана и нитрат-ионов в движущихся технологических потоках, разработаны узлы проточного аналитического прибора. Проведены промышленные испытания проточных аналитических приборов на уранодобывающих предприятиях Республики Казахстан.

Степень внедрения: высокая.

Область применения: добыча урана методом ПСВ.

Экономическая эффективность/значимость работы: высокая.

ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

ВР – выщелачивающий раствор

ДР – десорбирующий раствор

МД – маточник донасыщения

МС – маточник сорбции

ПАП – проточный аналитический прибор

ПР – продуктивный раствор

ПСВ – подземное скважинное выщелачивание

РСФА – рентгеноспектральный флуоресцентный анализ

СДК – сорбционно-десорбционная колонна

СНК – сорбционно-напорная колонна

ТД – товарный десорбат

ЦППР – цех переработки продуктивных растворов

Оглавление

Введение.....	13
Глава 1. Анализ современных технологий уранодобывающей промышленности Республики Казахстан.....	15
1.1 Технология ПСВ.....	15
1.2 Ионный обмен.....	16
1.2.1 Ионообменные аппараты.....	19
1.2.1.1 Сорбционно-десорбционная колонна.....	20
1.2.1.2 Сорбционно-напорная колонна.....	24
1.2.1.3 Узел приготовления десорбирующего раствора.....	26
1.3 Методы определения содержания урана.....	28
1.3.1 Химические методы.....	28
1.3.2 Физические методы.....	28
1.3.2.1 Рентгеноабсорбционный метод.....	29
1.3.2.2 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ.....	29
1.4 Методы определения нитратов.....	31
1.4.1 Спектрофотометрия.....	31
1.4.2 Флюориметрия.....	32
1.4.3 Потенциометрия.....	33
1.4.4 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ	34
Глава 2. Разработка методики и узлов аппаратуры для определения концентрации урана и нитрат-ионов в ураносодержащих растворах.....	36
2.1 Разработка метода экспресс-анализа урана в технологическом потоке с помощью РСФА.....	36
2.2 Разработка метода экспресс-анализа нитрат-ионов в технологическом потоке с помощью РСФА по величине когерентно и некогерентно рассеянных излучений.....	43
2.3 Разработка узлов проточного аналитического прибора для определения концентрации урана и нитрат-ионов.....	52
2.3.1 Первичное излучение рентгеновской трубки и его преобразование...53	
2.3.2 Пробоотборник и измерительная ячейка.....	53

Глава 3. Проведение промышленных испытаний и ввод в эксплуатацию проточных аналитических приборов на уранодобывающих предприятиях Республики Казахстан.....	56
3.1 Запуск проточного аналитического прибора СРВ-1Н на участке десорбции с СДК-1500.....	56
3.2 Запуск проточного аналитического прибора СРВ-1Н на участке сорбции с СНК-3М.....	59
3.3 Запуск проточного аналитического прибора СРВ-1Н на участке приготовления десорбирующего раствора.....	61
Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	67
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	68
4.1.1 Анализ конкурентных технических решений.....	68
4.1.2 SWOT-анализ.....	69
4.2 Планирование научно-исследовательских работ.....	71
4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования.....	71
4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения.....	72
4.3 Бюджет научно-технического исследования.....	77
4.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования.....	77
4.3.2 Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ.....	78
4.3.2.1 Расчет амортизации специального оборудования.....	78
4.3.3 Основная и дополнительная заработная плата исполнителей темы.....	79
4.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления).....	81
4.3.5 Накладные расходы.....	81
4.3.6 Бюджетная стоимость.....	82

4.4	Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	82
4.4.1	Интегральный показатель финансовой эффективности.....	82
4.4.2	Интегральный показатель ресурсоэффективности.....	83
4.4.3	Интегральный показатель эффективности.....	84
Глава 5.	Социальная ответственность.....	86
5.1	Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	86
5.1.1	Специальные правовые нормы трудового законодательства.....	86
5.1.2	Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.....	89
5.2	Профессиональная социальная безопасность.....	90
5.2.1	Анализ вредных и опасных факторов которые, может создать объект исследования.....	90
5.2.2	Анализ вредных и опасных факторов которые, могут возникнуть при проведении исследований.....	92
5.2.3	Обоснование мероприятий по защите исследователя от действия опасных и вредных факторов.....	93
5.3	Экологическая безопасность.....	101
5.3.1	Анализ влияния объекта исследования на окружающую среду.....	101
5.3.2	Анализ «жизненного цикла» объекта исследования.....	101
5.3.3	Обоснование мероприятий по защите окружающей среды.....	102
5.4	Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	103
5.4.1	Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть при исследовании объекта.....	103
5.4.2	Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС.....	104
	Выводы.....	107
	Заключение.....	108
	Список использованных источников.....	109
	Приложение А.....	112

Введение

В настоящее время затраты на переработку продуктивных растворов до товарного регенерата составляет значительную долю в себестоимости урана.

Эффективность сорбционного извлечения урана из растворов определяется степенью его извлечения на анионит, максимальным насыщением по урану из раствора данного химического состава, кинетикой процессов сорбции и десорбции, аппаратным оформлением процесса, условиями десорбции урана и целым рядом других физико-химических параметров, которые неразрывно связаны между собой и оказывают соответствующее влияние на технологический процесс извлечения и концентрирования урана.

Особо важная роль принадлежит десорбции урана с насыщенных анионитов. Эффективность нитратной десорбции урана обуславливается высокой селективностью поглощения нитрат-ионов ионитами. Способ десорбции определяет степень его концентрирования и технологию последующей переработки урановых растворов с целью получения высокочистой готовой продукции. Недостаток технологического процесса нитратной десорбции в существующем варианте выражен в отсутствии технической возможности автоматизации процесса, вследствие отсутствия метода автоматического оперативного контроля содержания урана и нитрат-иона в товарном десорбате, в маточнике донасыщения и десорбирующем растворе, что приводит к лишнему сбросу урана в оборотные растворы и превышение норм расхода аммиачной селитры на десорбцию, а также, дополнительные расходы на повторную переработку (сорбцию, десорбцию). Кроме того, автоматический экспрессный контроль нитрат-ионов при денитрации сорбента, позволит оптимизировать расход серной кислоты.

Для измерения концентрации веществ в технологическом потоке с использованием проточного аналитического прибора применяется рентгеноспектральный флуоресцентный анализ, основанный на том, что каждый химический элемент имеет спектр излучения, характерный только для него

(характеристическое излучение). Следовательно, по характеристическому спектру излучения можно определять элементный или атомный состав вещества, а по интенсивности линий характеристического излучения – концентрацию атомов данного элемента [27].

Актуальность работы обусловлена тем, что, в настоящее время для определения концентрации урана и нитратов используются традиционные электрохимические методы, реализованные в стационарных лабораторных условиях и как следствие требующие значительных затрат времени с момента отбора пробы до получения результата.

При этом традиционные методы не лишены, в известной мере, недостатков, как по метрологическим характеристикам, так и в сложности реализации.

Поэтому разработка метода экспресс-анализа массовой доли урана и нитратов непосредственно в технологическом потоке является актуальной.

Научная новизна работы заключается в разработке нового метода экспресс-анализа нитратов непосредственно в технологическом потоке.

Практическая значимость работы заключается в том, что получение данных о концентрации урана и нитратов непосредственно в технологическом потоке позволит автоматизировать процессы сорбции и десорбции, в частности дозировку расхода реагентов, что снизит экономические затраты, связанные с повышенным расходом реагентов и уменьшит их влияние на окружающую среду, снизит расходы на выполнение химических анализов растворов на содержание в них нитратов.

Глава 1. Анализ современных технологий уранодобывающей промышленности Республики Казахстан

1.1 Технология ПСВ (подземного скважинного выщелачивания)

Технология скважинного подземного выщелачивания разрабатывается с начала 20 века и в данный момент времени является одной из наиболее перспективных технологий добычи урана и ряда других металлов (золота, меди, рения, скандия, молибдена и др.). Метод ПСВ [28] при добыче урана является более выгодным и удобным. Добыча урана методом ПСВ ведётся с середины 20 века. Доля добычи урана методом подземного выщелачивания в мировом масштабе составляет 25%. Наибольшее применение метод обрёл в Казахстане, Узбекистане и США, практически вся добыча урана в этих странах ведётся методом ПСВ [1]. Начиная с 2009 года Казахстан является мировым лидером по добыче природного урана. Национальным оператором Республики Казахстан по импорту–экспорту урана является Акционерное общество «Национальная атомная компания «Казатомпром». Все урановые месторождения компании пригодны для экономически эффективной и наименее экологически вредной добычи методом ПСВ.

Извлечение урана происходит с помощью системы технологических скважин, которые объединяются в технологические ячейки и блоки. Через нагнетательные скважины поступает выщелачивающий раствор ВР, содержащий реагенты, способные растворять минералы урана. В результате физико-химического взаимодействия урановых минералов с выщелачивающими реагентами в подземном горизонте образуется содержащий уран продуктивный раствор, который закачивается на поверхность посредством системы откачных скважин. В процессе переработки продуктивного раствора из него извлекается уран, а оставшиеся маточные растворы доукрепляются выщелачивающими реагентами и снова подаются в нагнетательные скважины в качестве рабочего раствора [2]. Подземное выщелачивание как новый, прогрессивный метод в настоящее

время широко применяется в Казахстане при добыче урана. Этот метод за короткое время прошел все стадии исследований, разработки и промышленного внедрения уранодобывающих предприятиях республики.

Технологический цикл добычи урана методом ПСВ в Республике Казахстан включает следующие взаимосвязанные технологические процессы: подземное выщелачивание урана, сорбционное извлечение урана из ПР и процесс десорбции урана с насыщенного сорбента. В соответствии со сложным химическим составом продуктивных растворов и невысоким содержанием полезных компонентов наиболее приемлемый вариант их переработки – сорбционные методы, которые основаны на использовании ионного обмена.

1.2 Ионный обмен

Ионный обмен нашёл широкое применение в технологиях добычи и очистки урана [3].

Ионообменные процессы для гидрометаллургии урана в Республике Казахстан имеют особое значение, где они применяются в большинстве технологических процессов добычи. Практически во всех производствах ионообменная технология обеспечивает подготовку воды для технических нужд и очистку жидких радиоактивных отходов.

В гидрометаллургии урана, особенно при переработке руд со средним и небольшим содержанием урана, применяются разные схемы, включающие ионный обмен.

Извлечение урана производится как из растворов и пульп, получающихся при выщелачивании руд на заводе, так и из растворов подземного выщелачивания урана из рудных пластов, а также из шахтных вод, образующихся при добыче урановой руды.

Характерная особенность урансодержащих руд – сложный состав, включающий наряду с ураном и другие ценные компоненты – цветные и редкие металлы: золото, молибден, медь и др. Поэтому комплексное

использование сырья – одно из важнейших направлений научно-технического прогресса у нас в стране и за рубежом. К настоящему времени разработаны и продолжают совершенствоваться технологические схемы совместного извлечения из руд урана, ванадия, молибдена и др. В технологических цепочках получения этих элементов важное место занимают сорбционные переделы, с помощью которых проводят извлечение, разделение и концентрирование ряда элементов. Аппаратурное оформление и пути совершенствования таких процессов аналогичны процессам извлечения урана из рудных материалов. Образующиеся на различных переделах гидрометаллургического производства сбросные воды могут очищаться ионным обменом по различным схемам. К настоящему времени для процессов очистки сточных вод разработано значительное число высокопроизводительных ионообменных аппаратов, учитывающих специфику таких переделов.

Важную роль ионный обмен приобрел в технологическом цикле добычи урана методом подземного скважинного выщелачивания. Для ПР с малым содержанием полезных компонентов более приемлемый вариант их переработки – сорбционные методы, которые основаны на технологии ионного обмена.

Сорбция урана из карбонатных сред достаточно широко применяется в урановой промышленности. Уран в карбонатной среде находится в виде трикарбонатного анионного комплекса $[\text{UO}_2(\text{CO}_3)_3]^{4-}$, который достаточно эффективно сорбируется сильноосновными анионитами АМ, АМП, АВ-17, ВП-1Ап, Дауэкс-1, Амберлит IPA-400 и др. Сернокислотный способ выщелачивания уранового сырья с добавкой некоторого количества окислителей (при атмосферном давлении, в автоклавах при повышенном давлении, подземное выщелачивание из руд на месте залегания) является самым распространенным методом перевода урана в раствор. А нахождение урана в сернокислой среде в катионной и анионной формах, создает, как

отмечалось выше, хорошие предпосылки для сорбционного извлечения и концентрирования урана из пульп и растворов. Десорбция урана проводится растворами хлорида или нитрата натрия.

Принципиальная технологическая схема сорбции урана представлена на рисунке 1.

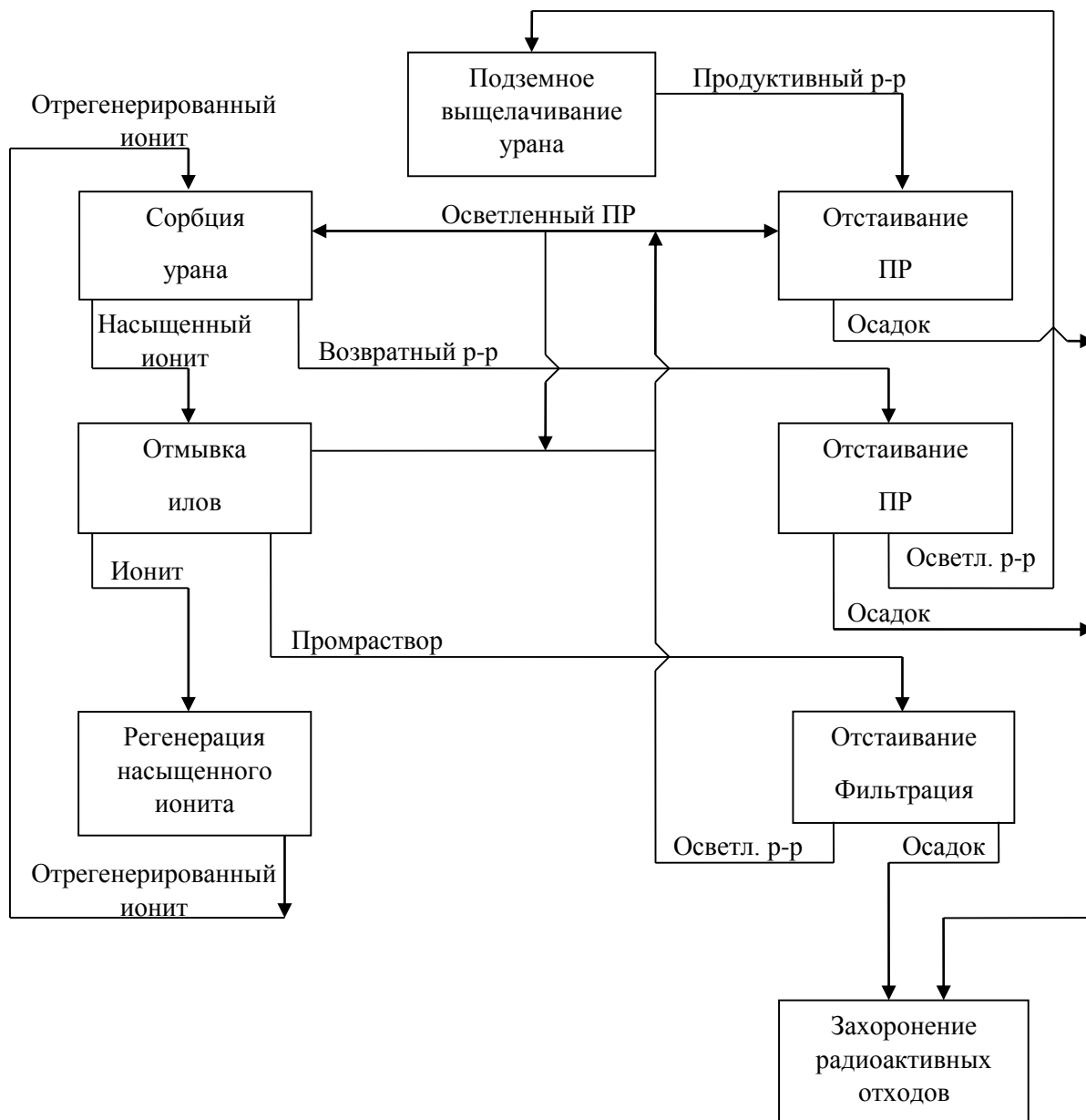


Рисунок 1 - Принципиальная технологическая схема сорбции урана ионитом из продуктивных растворов подземного выщелачивания

Определяющими факторами технологии сорбционного извлечения урана являются его концентрация в исходном растворе, а также наличие и

концентрация анионов, оказывающих десорбирующее влияние – сульфаты, нитраты, хлориды. Аналитический контроль данных параметров в режиме реального времени, для технологического процесса сорбции является важной задачей.

1.2.1 Ионообменные аппараты

Столь многообразному применению процесса ионного обмена во многом способствовал большой выбор ионообменных материалов с различными физико-химическими свойствами. Правильный выбор того или иного ионообменного материала - это первый этап решения комплексной задачи создания нового или усовершенствование существующего технологического процесса ионного обмена.

Однако эффективное применение ионного обмена невозможно и без использования современной высокоинтенсивной аппаратуры.

Для осуществления разнородных операций, требуется соответствующее количество единиц оборудования, соединенных между собой трубопроводами для перемещения ионита и раствора из аппарата в аппарат. Другим недостатком является то, что если перемещение ионита внутри колонны происходит сплошным плотным потоком с минимальным нарушением параллельности отдельных слоев ионита (коэффициент перемешивания близок к нулю), то вне колонны при перегрузке из аппарата в аппарат ионит подвергается интенсивному перемешиванию. Это приводит к искажению фронта ионообменного процесса, к увеличению высоты эквивалентной теоретической ступени ионного обмена, другими словами к снижению эффективности ионного обмена. Одним из путей повышения производительности явилось применение аппаратов с поочередным движением фаз короткоциклической фильтрацией. Таким образом, разработка режима сорбции с коротким фильтроциклом (что является, по сути, приближением к режиму идеальной динамики сорбции) позволила существенно уменьшить единовременную загрузку ионита и организовать

проведение всего цикла операций сорбционного извлечения и концентрирования урана из исходного раствора в одном аппарате – СДК.

1.2.1.1 Сорбционно-десорбционная колонна (СДК)

Сорбционно-десорбционная колонна (СДК) была разработана группой инженеров Целинного горно-химического комбината (ЦГХК) для процессов извлечения металла из бедных продуктивных растворов. Главным отличием сорбционно-десорбционной колонны в отличие от регенерационных аппаратов настоящего времени, это более богатый готовый продукт – товарный десорбат (ТД). В товарном десорбате концентрация урана напрямую зависит от содержания урана в растворе на входе, пределы готового десорбата от 70 до 150 г/дм³. Содержание урана в товарном десорбате превышает содержание урана в насыщенном сорбенте. Степень концентрирования U из ПР в ТД может достигать 1000 и более.

В колонне ионный обмен осуществляется в условиях динамики сорбции в режиме идеального вытеснения фаз (высота эквивалентной теоретической ступени равна полутора диаметрам зерна смолы, что обеспечивает около тысячи ступеней ионного обмена в метровом слое смолы). Такие условия работы колонны обеспечивают максимальную эффективность (близкую к теоретической) ионообменных процессов.

В процессе работы аппарата сорбент проходит последовательно ряд зон, соответствующих следующим процессам (по ходу смолы) рисунок 2: донасыщение (сорбция урана из регенерата); регенерация (десорбция урана со смолы); отмывка от десорбента (десорбирующего раствора) [4].

Насыщение сорбента на стадии сорбции из продуктивного раствора соответствует концентрации урана в растворе, которая, как правило, мала, составляя при этом 20-30 % полной обменной емкости сорбента. При традиционном способе десорбции концентрация урана в десорбате, соответственно, тоже мала.

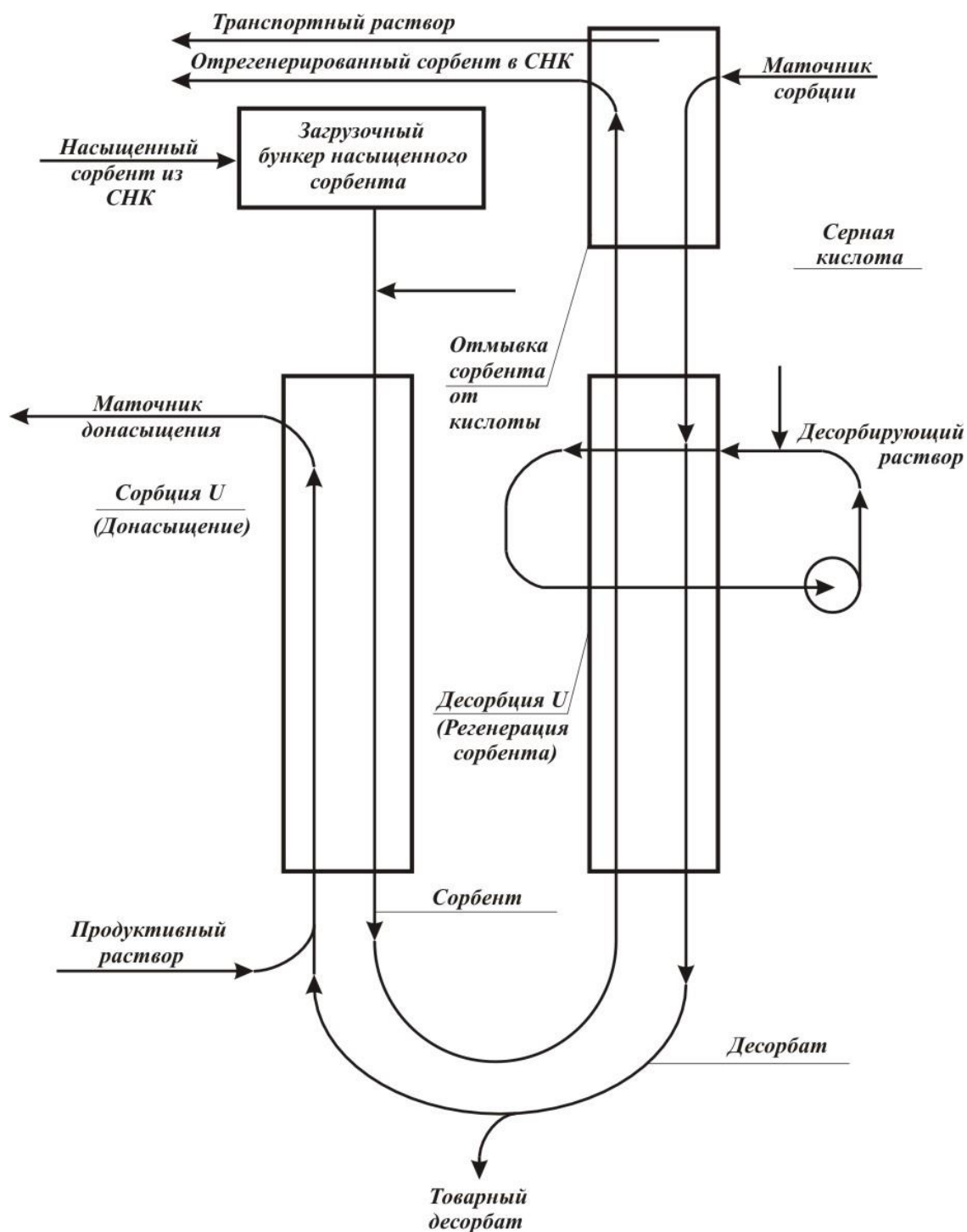


Рисунок 2 - Схема потоков рабочих растворов в колонне СДК

При регенерации сорбента в СДК насыщенный на стадии сорбции сорбент поступает в зону донасыщения, где происходит дополнительное насыщение смолы за счет сорбции урана из части десорбата, разбавленного исходным ПР. Донасыщение сорбента увеличивает его емкость и позволяет

повысить концентрацию урана в десорбате и соответственно уменьшить его объем при заданной производительности по урану. Донасыщение позволяет использовать 80-90 % полной обменной емкости сорбента, что повышает коэффициент использования смолы. Наличие операции донасыщения составляет главное преимущество аппарата СДК.

После донасыщения сорбент проходит зону «концентрирования», которая является переходной зоной между зонами донасыщения (сорбции) и зоной регенерации. Конструктивно этой зоне соответствует нижняя часть аппарата, выполненная в форме тора. Здесь сорбент и раствор (регенерат) проходят точку максимальной концентрации урана как в сорбенте, так и в растворе. Из этой точки производят отбор товарного десорбата.

В процессе дальнейшего продвижения по аппарату смола последовательно проходит зоны десорбции и отмывки, где соответственно происходит десорбция урана с сорбента и его отмывка от десорбента – регенерация смолы.

Отмывочный раствор, содержащий отмытый десорбент, продвигаясь навстречу смоле в зону регенерации, смешивается с концентрированным раствором десорбента (например, серной кислотой при сернокислой регенерации), который подается в нагнетающий трубопровод дозировочным насосом. Количество отмывочной воды соответствует количеству десорбирующего раствора заданного состава.

Отмытый сорбент разгружается в разгрузочный бункер, откуда транспортируется на сорбцию в СНК (сорбционно-напорную колонну).

В колоннах СДК сорбент передвигается при помощи сжатого воздуха (пневмоимпульса) противотоком движению растворов и проходит несколько зон. Схема зон процесса десорбционного концентрирования в колонне СДК-1500 показана на рисунке 3.

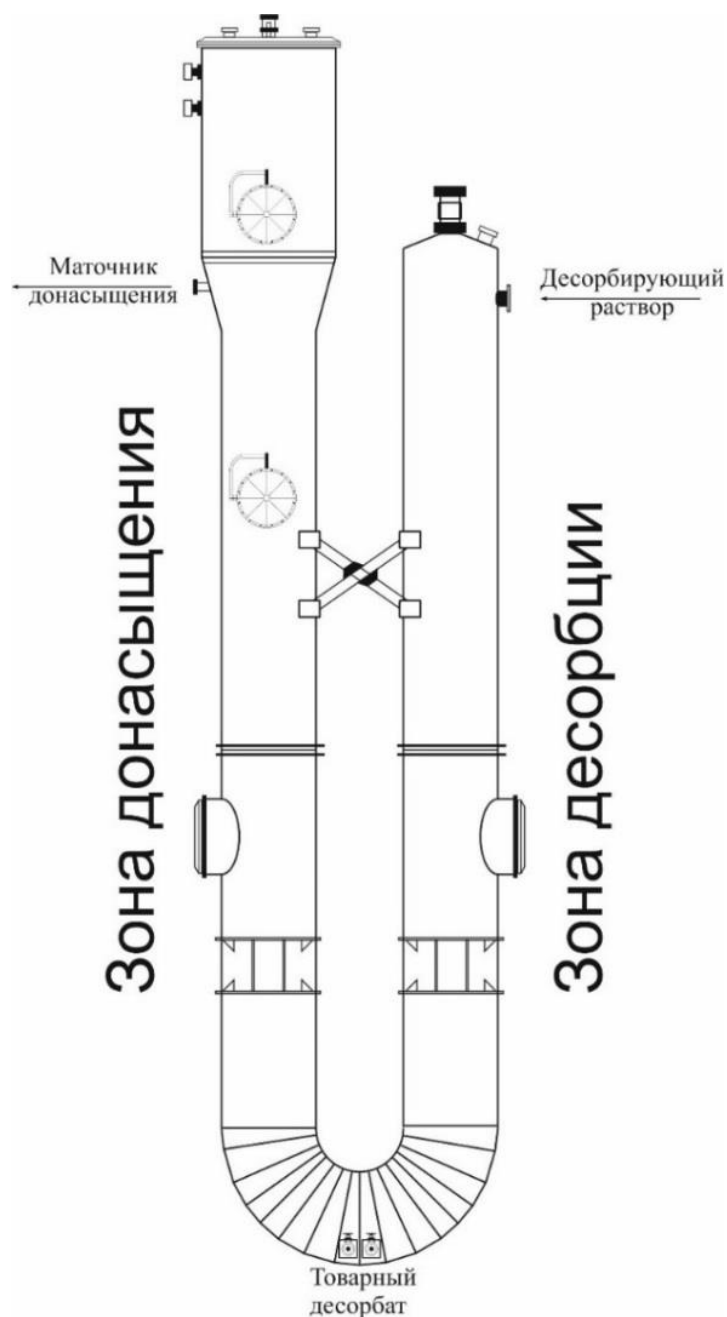


Рисунок 3 – Схема зон сорбционно-десорбционной колонны СДК – 1500

В промышленных условиях показателями процесса, кроме времени и степени десорбции элемента, является достижение максимальной концентрации извлекаемого элемента в ТД. Технологическими условиями и параметрами операции десорбционного концентрирования урана в аппарате СДК – 1 500, определяющими эффективность ведения процесса, являются параметры, описанные ниже:

- объем перегружаемого анионита, м³/ч;
- концентрация U в ТД, г/дм³;
- концентрация U в маточнике донасыщения (МД) , г/дм³;
- концентрация NO₃-ионов в ДР, г/дм³;
- выход ТД, м³/ч;
- время десорбционного концентрирования, ч;

Контроль параметров, кроме содержания урана и нитрат-ионов, осуществляется с помощью стандартных приборов КИПиА. Контроль содержания урана и нитрат-ионов имеет совершенно иную специфику, тем самым исключая возможность использования стандартных приборов КИПиА. Контроль ведётся в лаборатории предприятия, поэтому нет возможности получения концентрации U и нитрат-ионов в режиме реального времени.

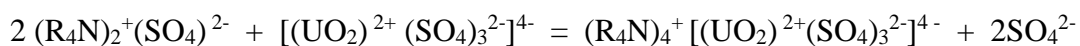
1.2.1.2 Сорбционно-напорная колонна (СНК)

Сорбция урана из продуктивного раствора осуществляется в сорбционных напорных колоннах типа «СНК – 3М» на сильноосновной анионит со сбросом маточника сорбции в пескоотстойник выщелачивающего раствора. Сорбционно-напорная колонна конструкционно выполнена из:

- цилиндрического корпуса (материал выбирается с учетом химической стойкости к агрессивным технологическим растворам);
- верхнего устройства для дренажа;
- ёмкости для сбора маточника сорбции;
- сливного выхода для растворов,
- приспособления ввода продуктивного раствора с конусным распределителем вводного потока;
- устройства для выгрузки насыщенной ионообменной смолы;
- напорного бункера для загрузки регенерированной смолы.

Сорбционное извлечение урана в СНК – 3М протекает в динамическом режиме, при котором через неподвижный слой сорбента фильтруется рабочий поток раствора. Уран, содержащийся в продуктивном растворе, фиксируется

на активных обменных центрах в порах анионита, в результате ионного обмена, протекающего по химической реакции:



«СНК – 3М» представляет аппарат полунепрерывного принципа действия и представлен на рисунке 4.

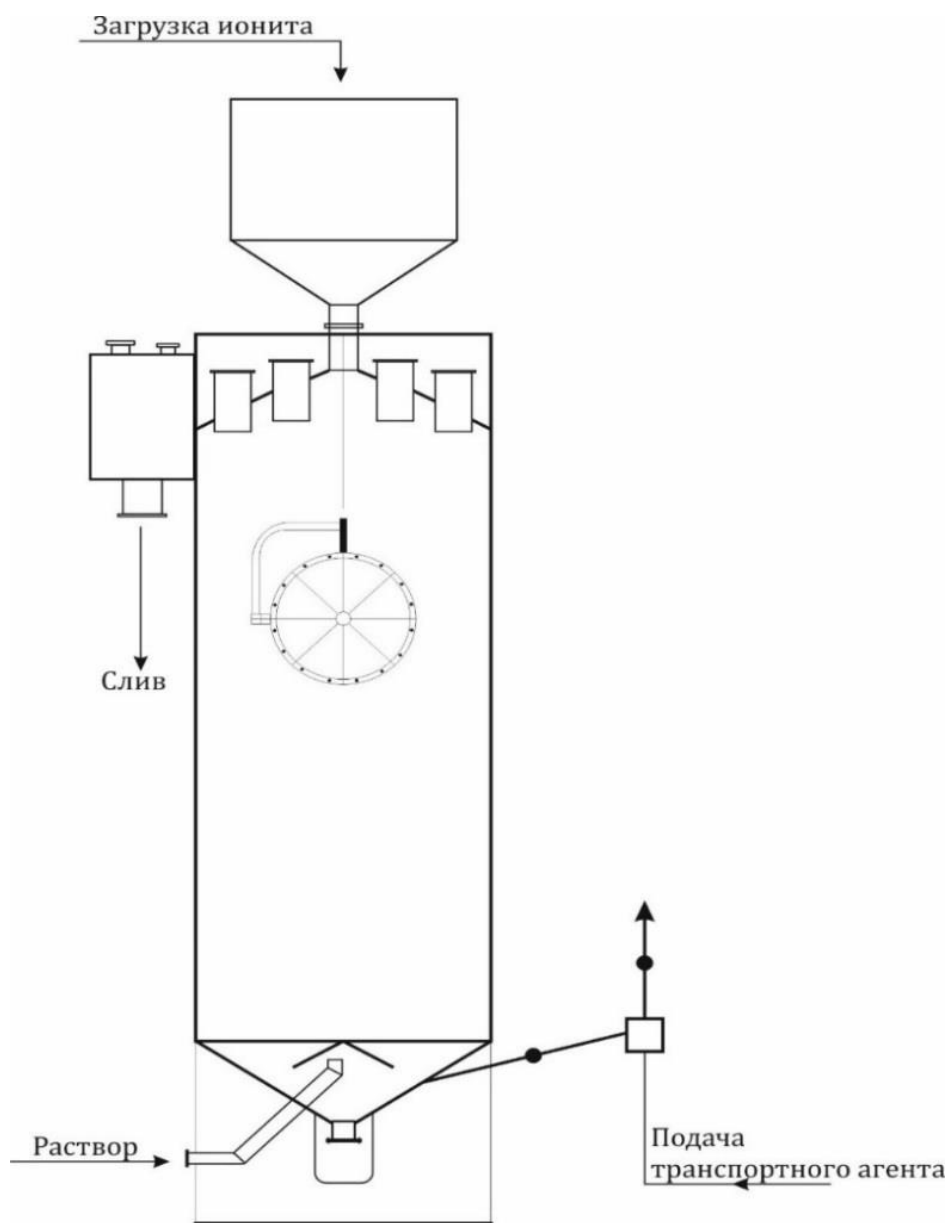


Рисунок 4 – Противоточный аппарат типа «СНК – 3М»

Аппарат «СНК – 3М» является наиболее простым ионообменным аппаратом противоточного, полунепрерывного действия. СНК-3М цилиндрическая емкость с нижним распределителем раствора, верхним

дренажем и бункером для хранения запаса анионита. Аппарат заполнен анионитом, раствор фильтруется через его слой снизу-вверх. Периодически подачу раствора прекращают и часть анионита перекачивают эрлифтом на другую операцию, такое же количество анионита перетекает из бункера в верхнюю часть аппарата. Материал аппарата – из нержавеющей стали марок 12X18H10T, 10X17H13M2T.

Насыщенный сорбент из буферной ёмкости направляется на доукрепление и десорбцию в колонну СДК. Для перегрузки насыщенного сорбента из колонн СНК – 3М используется гидротранспорт. Гидротранспорт насыщенной смолы позволяет снизить механический износ анионита, а также получить транспортный раствор, позволяющий в последующем отделить анионит от основного количества механических частиц. В качестве транспортирующего раствора используются ВР. Десорбция урана происходит с донасыщенного сорбента в зоне нитратной десорбции, где в эту зону подаётся исходный десорбирующий раствор ДР.

Маточники сорбции выводятся через дренажные кассеты в верхней части колонны. Содержание урана в МС не более 3 мг/л.

Далее МС направляются в пескоотстойник ВР. ВР – главная точка контроля на производстве, показывающая безупречность работы ЦППР и определяющая сквозной коэффициент извлечения урана в ЦППР.

1.2.1.3 Узел приготовления десорбирующего раствора (ДР)

Десорбирующий раствор готовится на основе маточников денитрации с целью экономии используемого химического реагента (аммиачной селитры), они до укрепляются концентрированными нитратными растворами. Концентрированные нитратные растворы поступают в ЦППР с отдельного производственного помещения – ССР и приготавливаются путем растворения аммиачной селитры.

Маточники денитрации из приемной емкости насосным оборудованием по технологическому трубопроводу поступают на узел ССР в

накопительный бак. Из накопительного бака раствор сливается в реактор для приготовления доукрепляющего раствора, куда также поступает растворенная NH_4NO_3 .

Сухой реагент NH_4NO_3 , поступающий с площадки контейнерного хранения, подается на узел загрузки через трубу-течку растворенная NH_4NO_3 попадает в реактор для приготовления, насыщенного ДР. В реакторе, оборудованном перемешивающим устройством, в течении $2 \div 3$ часов готовится насыщенный по нитрат – ионам раствор с концентрацией $\text{NO}_3^- \approx 200 \div 300 \text{ г/дм}^3$. Готовят насыщенный раствор $7 \div 8$ раз в сутки ($3 \div 4$ раза днем, 4 ночью). На один замес уходит 6 мешков NH_4NO_3 или 3 тонны NH_4NO_3 . Из емкости приготовленный насыщенный по нитрат – ионам раствор, с помощью насосов, поступает в бак накопитель. Доукрепленный ДР по нитрат иону (концентрация $\text{NO}_3^- \approx 200 \div 300 \text{ г/дм}^3$) из бака накопителя посредством насосных агрегатов направляется в ЦППР в буферную емкость и пройдя предварительно через теплообменники подаются на аппараты СДК – 1 500. Готовый ДР раствор имеет следующий химический состав:

- концентрация нитрат-ионов $\approx 100 \text{ г/дм}^3$;
- кислотность $\approx 25 \text{ г/дм}^3$.

Приготовление десорбирующего раствора сопряжено с рядом некоторых проблем. При растворении аммиачной селитры происходит сильное поглощение тепла, что значительно замедляет растворение. Поэтому для приготовления насыщенных растворов нитрата аммония особенно в зимнее время применяется нагревание, при этом твёрдое вещество засыпается небольшими порциями. В связи этим, теоретически рассчитанная концентрация нитрат-ионов не соответствует реальной концентрации в приготовленном ДР. Постоянный аналитический контроль концентрации нитрат-ионов позволит нормировать расход аммиачной селитры на десорбцию.

Анализ работы узлов и аппаратов переработки продуктивных растворов показал, что контроль содержания урана и нитрат-ионов во многих технологических цепочках является приоритетным параметром. Это свидетельствует о том, что необходим универсальный метод определения вышеуказанных компонентов со следующими основными критериями:

- возможность измерения непосредственно в потоке;
- получение результатов в короткое время.

Т.к. работа описанных узлов и аппаратов циклична и имеет технологическую связь, контроль содержаний урана и нитрат-ионов на каждом из участков переработки позволит автоматизировать работу вышеупомянутых.

Рассмотрим основные методы определения концентрации урана и нитрат ионов.

1.3 Методы определения содержания урана

1.3.1 Химические методы

Продолжительность химического анализа классическими методами химии составляет многие часы, и, как правило, значительно превышает длительность технологических процессов. В результате технологи предприятия не имеют достаточно информации для корректировки производственных процессов, а функции заводской лаборатории сводятся к анализу контроля качества готовой продукции [5].

По химическим методам, можно сказать, что химические методы – это общепринятые методы, и они не применимы для анализа в потоке.

1.3.2 Физические методы

Современные физические методы определения содержания радиоактивных веществ основаны на регистрации α -, β - и γ – излучений.

Физические методы, в отличие от химических и физико-химических, характеризуются высокой воспроизводимостью и дешевизной.

К физическим методам можно отнести метод гамма-спектрометрии, метод спектрального определения, рентгеноабсорбционный и рентгенофлуоресцентный анализ.

1.3.2.1 Рентгеноабсорбционный метод

Интенсивность, прошедшего через ячейку рентгеновского излучения, обратно пропорциональна концентрации урана, присутствующего в растворе. Интенсивность рентгеновского излучения определяется следующим уравнением, в известном смысле аналогичным уравнению Бугер-Ламберт-Бера в обычной оптической спектроскопии:

$$I = I_0 e^{-\mu \rho \ell} \quad (1)$$

где: I – интенсивность прошедшего через слой раствора рентгеновского излучения, I_0 – начальная интенсивность излучения, μ – коэффициент поглощения, $\text{см}^2/\text{г}$, ρ – плотность, $\text{г}/\text{см}^3$, ℓ – толщина слоя раствора, см .

Метод реализован на концентраторах «Карат», разработанных ТОО «УМЗ-Инжиниринг». Концентратор предназначен для непрерывного измерения массовой концентрации полезного компонента (ПК) в технологических растворах (пульпах), автоматической обработки измеренной информации и выводом результатов ее обработки в виде унифицированного выходного сигнала постоянного тока плюс 4, плюс 20 мА (4...20 мА) и в цифровом виде – на алфавитно-цифровой ЖКИ индикатор.

К недостаткам данного метода можно отнести узкий диапазон измерений. Нижний предел диапазона измерений для концентратора 2,5 $\text{г}/\text{дм}^3$, а верхний составляет 100 $\text{г}/\text{дм}^3$ [6].

1.3.2.2 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ

Рентгеноспектральный флуоресцентный метод анализа (РСФА), основанный на изучении спектров испускания рентгеновского излучения атомами исследуемых элементов, получил довольно широкое применение в лабораторной и заводской практике определения качественного и

количественного состава веществ в добывающей и перерабатывающей промышленности.

Основные достоинства РСФА, такие как, экспрессность, широта аналитического диапазона, простота пробоподготовки, высокая точность анализа, простота обслуживания рентгеноспектральных установок и относительно низкая стоимость анализа, делают его наиболее перспективным аналитическим методом для анализа большинства продуктов.

В основе принципа спектрометра лежит рентгеновская флуоресценция атомов вещества, возбуждаемая первичным рентгеновским излучением в пробе с последующим разложением в спектр. Источником первичного рентгеновского излучения является рентгеновская трубка. Питание рентгеновской трубки осуществляется высоковольтным источником питания. Для создания оптимальных и геометрически воспроизводимых условий возбуждения, первичное излучение рентгеновской трубки направляется с помощью коллимирующих устройств на анализируемый образец. Рентгеновская флуоресценция атомов анализируемого образца направляется с помощью коллимирующих устройств на входное окно полупроводникового детектора, преобразуется им в электрические сигналы, пропорциональные энергии данного флуоресцентного излучения. Далее сигналы усиливаются зарядочувствительным предусилителем и формируются в энергетический спектр с помощью процессора спектрометрических импульсов.

Рентгеновская трубка, коллимирующие устройства и полупроводниковый детектор расположены в измерительной камере, которая представляет собой массивный блок из алюминия с защитой от рентгеновского излучения, и включает в себя все те области, в которых распространяется излучение и размещается кювета с пробой или сплошной образец. С помощью программного обеспечения спектрометра производится обработка полученных от анализируемого образца спектров и определение массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик [7].

1.4 Методы определения нитратов

1.4.1 Спектрофотометрия

Спектрофотометрия – метод, основанный на изучении спектров поглощения в ультрафиолетовой (200—400 нм), видимой (400—760 нм) и инфракрасной (>760 нм) областях спектра. Основная зависимость, изучаемая в спектрофотометрии, — зависимость интенсивности поглощения (как правило измеряется оптическая плотность - логарифм светопропускания (т.к. она зависит линейно от концентрации вещества) падающего света от длины волны.

Принципиальная схема любого спектрального прибора (рисунок 5) состоит из трех основных частей: осветительной I, спектральной (оптической) II, и приемно-регистрирующей III.

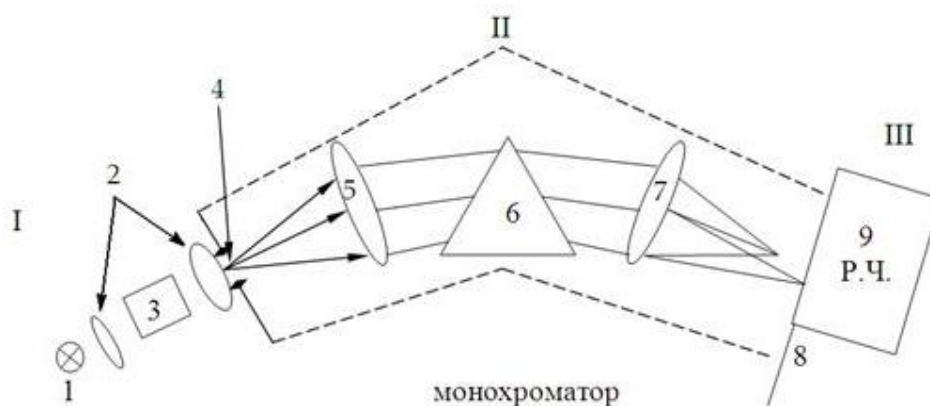


Рисунок 5 - Принципиальная схема спектрального прибора

Спектроскопические методы подчиняются закону Бугера- Ламберта-Бера, который гласит, что между ослаблением интенсивности излучения, концентрацией поглощающего вещества и толщиной слоя раствора существует количественная зависимость, выражающаяся уравнением:

$$I = I_0 * 10^{-\varepsilon l C} \quad (2)$$

где I_0 – интенсивность светового потока, падающего на раствор, I – интенсивность светового потока, прошедшего через раствор, l – толщина слоя раствора, поглощающего свет, C – концентрация вещества в растворе, ε – коэффициент пропорциональности, зависящий от длины волны падающего света, природы растворенного вещества и температуры раствора.

Основным недостатком этого метода является факт, что различные спектрофотометры дают значительные отклонения по величине поглощения для одного и того же стандартного раствора. Этому способствует большое число случайных погрешностей, возникающих при приготовлении анализируемых растворов, за счет неполноты перевода определяемого компонента в фотометрируемое соединение и влияния посторонних компонентов, погрешностей контрольного опыта, наличием «кюветной» погрешности, погрешности установления нужной длины волны и др. Поэтому обычно относительная погрешность спектрофотометрических (фото- и колориметрических) методик составляют в среднем около 20 - 25 % (хотя приборная погрешность фотометра не превышает 1 - 2%). Это делает данный метод полностью непригодным для решения поставленной в работе проблемы [8].

1.4.2 Флюориметрия

Флюориметрия (люминесцентный анализ) — определение концентрации вещества по интенсивности флюоресценции, возникающей при облучении вещества ультрафиолетовыми лучами. При соответствующих условиях этим путём можно обнаружить наличие ничтожных количеств вещества. Люминесцентный анализ делится на макроанализ — при наблюдении невооруженным глазом, и микроанализ, когда наблюдение производится при помощи микроскопа.

Применение флуориметрии затрудняется сложностью выполнения этой методики и дороговизной необходимого лабораторного оборудования. Флуориметрия несмотря на высокие показатели надежности измерений и

большой порог чувствительности, не сможет решить поставленных задач ввиду своей неприменимости непосредственно в потоке из-за сложности в приготовлении пробы и времени измерения [9].

1.4.3 Потенциометрия

В основе потенциометрических измерений лежит зависимость равновесного потенциала электрода от активности (концентрации) определяемого иона. Для измерений необходимо составить гальванический элемент из подходящего индикаторного электрода и электрода сравнения, а также иметь прибор для измерения потенциала индикаторного электрода в условиях, близких к термодинамическим, т. е. без отвода заметного тока от гальванического элемента при замыкании цепи.

Различают прямую и косвенную потенциометрию, или потенциометрическое титрование. Существует два метода применения нитрат-селективных электродов. Один метод основан на построении эмпирического градуировочного графика зависимости электродного потенциала от концентрации нитрата или на построении этой же зависимости в полулогарифмических координатах. В последнем случае для определения NO_3^- используют линейную зависимость потенциала от логарифма концентрации NO_3^- . Электродом сравнения обычно служит каломельный электрод [10].

К недостаткам потенциометрического способа относятся:

- Применение сложной в производстве и обслуживании аппаратуры;
- Необходимость прибегать к большому числу отсчетов на бюретке и на измерительном приборе;
- Неустойчивость в некоторых случаях потенциала индикаторного электрода или же слишком медленное установление его предельного значения.

Метод прямой потенциометрии достаточно прост и экспрессен, позволяет проводить измерение непосредственно в потоке, однако со

временем электрод теряет свою чувствительность, «забивается», что требует его очистки. Метод титрования, не позволяет проводить измерение в режиме on-line.

При этом традиционные методы не лишены, в известной мере, недостатков, как по метрологическим характеристикам, так и в сложности реализации.

1.4.4 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ

Одним из существенных недостатков РСФА метода, низкая чувствительность при анализе легких элементов (от Li до Ne) и отсутствие возможности определения водорода из-за отсутствия аналитических линий в области рентгеновского излучения. Для легких элементов главными причинами являются:

- низкий выход флуоресценции;
- незначительная глубина слоя, в котором формируется рентгеновская флуоресценция;
- значительное поглощение характеристического излучения воздухом и элементами прибора.

Однако, определение с помощью РСФА массовой доли соединений из лёгких элементов в объекте анализа, без использования вакуумной установки, возможно по отношению величин интенсивностей когерентно и некогерентно рассеянных излучений, за счёт их значительных отличий, в особенности для лёгких элементов.

В работе [11] была впервые показана возможность определения соотношения C/N в нефтепродуктах по отношению интенсивностей когерентно и некогерентно рассеянной характеристической $L\alpha$ линии вольфрамового анода рентгеновской трубки. Влияние небольших количеств N и S, часто присутствующих в нефтепродуктах, учитывалось при определении этих элементов другими методами.

Проанализировав основные методы для определения урана и нитрат-ионов можно заключить следующее:

- определение урана рентгенофлуоресцентным методом можно считать общепризнанным т.к. этот метод широко распространён в аналитике, исключением будет измерение непосредственно в потоке;

- определение нитратов методом РСФА имеет совершенно другую картину, в связи низкой чувствительностью метода при определении легких элементов, нет возможности использовать характеристическое излучение определяемых элементов, однако отношение когерентно и некогерентно рассеянных излучений позволяет определять концентрации лёгких компонентов.

Таким образом обзор литературных источников показывает, что рентгеноспектральный флуоресцентный метод анализа может быть успешно использован при анализе концентраций урана и нитрат ионов в движущихся технологических растворах уранодобывающих предприятий. Для этого необходимо разработать метод экспресс-анализа и узлы аппаратуры для измерения содержания урана и нитрат-ионов в движущемся потоке с помощью рентгенофлуоресцентного анализа.

Глава 2. Разработка метода экспресс-анализа и узлов аппаратуры для определения концентрации урана и нитрат-ионов в ураносодержащих растворах

2.1 Разработка метода экспресс-анализа урана в технологическом потоке с помощью РСФА

Для разработки экспресс-метода определения урана в технологическом потоке использован рентгенофлуоресцентный энергодисперсионный спектрометр СРВ-1Н производства компании ТОО «ТехноАналит», Республика Казахстан. В таблице 1 приведены технические характеристики спектрометра СРВ-1Н.

Таблица 1 – Технические характеристики спектрометра СРВ-1Н

№	Наименование параметра	Норма
1	Диапазон определяемых элементов, с вакуумированием образца	от Na до U
2	Диапазон измеряемых содержаний, %	от $n \cdot 10^{-4}$ до 100
3	Время анализа одной пробы, сек, не более	600 (60-600)
4	Аппаратурная погрешность спектрометра, не более, %	1
5	Энергетическое разрешение детектора для Ka-линии Mn при загрузке 10000 имп/с, не более, эВ	135
4	Диапазон измеряемых энергий, кэВ	от 1 до 32
5	Мощность экспозиционной дозы рентгеновского излучения, не более, мкЗв/ч: - на расстоянии 0.1м от поверхности прибора - на расстоянии 1.0 м от любой точки прибора	1,0 0,3
6	Частота тока питающей сети Гц	50±1
7	Высоковольтный источник питания обеспечивает для рентгеновской трубки напряжение U кВ, не более ток трубки mA, не более	45 0.5
8	Габаритные размеры основного модуля, не более, мм	340×280×340
9	Масса спектрометра СРВ-1Н, не более, кг	15

Для увеличения чувствительности анализа в рентгенофлуоресцентном спектрометре СРВ-1Н характеристическое излучение определяемого элемента возбуждается первичным излучением рентгеновской трубки с использованием

трехосевой геометрии со вторичной мишенью. Геометрия измерений схематично показана на рисунке 6.

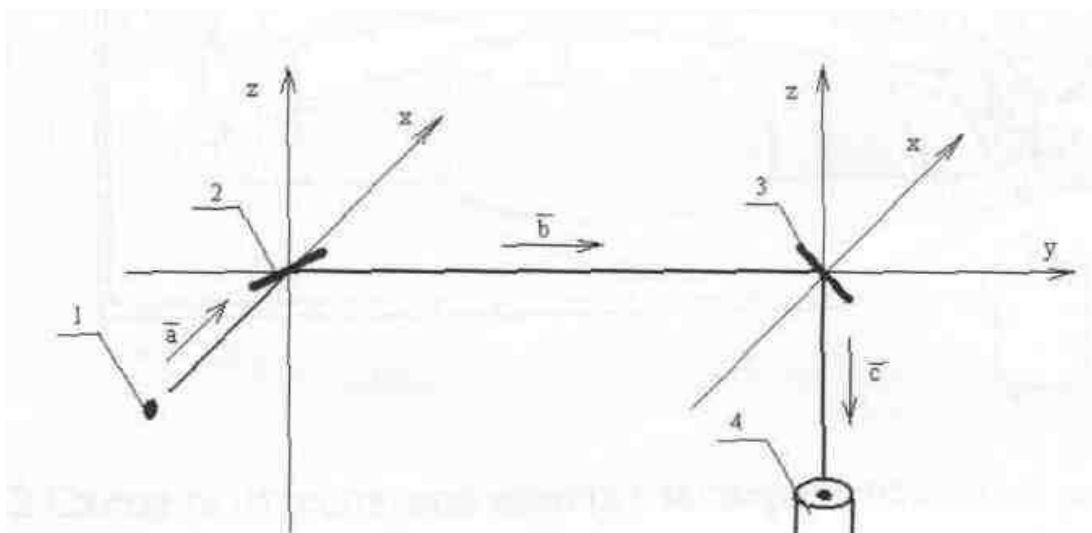


Рисунок 6 – Схема трехосевой геометрии измерения

При трехосевой геометрии излучение рентгеновской трубки возбуждает характеристическое излучение материала мишени, которое используется для возбуждения элементов пробы. По данным различных источников, такое возбуждение пробы позволяет получить порог обнаружения 10^{-4} %. Существенным недостатком является низкая эффективность преобразования из-за снижения геометрической эффективности и влияния эффективности возбуждения мишени. Решением может быть увеличение напряжения и тока на высоковольтном источнике питания рентгеновской трубки.

Диапазон измеряемых энергий спектрометра СРВ-1Н от 1 до 32 кэВ, поэтому будем анализировать интенсивности урана по L-серии (таблица 2).

В качестве материала вторичной мишени используем молибден Мо [15], т.к. энергия K-серии Мо больше энергии L-серии U. Для эффективного возбуждения мишени тормозным излучением рентгеновской трубки, напряжение на аноде трубки должно быть выше края поглощения элемента вторичной мишени в 1,5-2 раза. Для Мо энергия края поглощения линий K-

серии равна 20 кэВ. Следовательно, напряжение на высоковольтном источнике питания трубки $U=35\text{кВ}$.

Таблица 2 - Энергии и относительные интенсивности основных линий рентгеновского излучения К- и L-серий для урана

Линия	Переход (конец — начало)	Энергия, кэВ*
		Уран (%)**
Ka1	K—Ls	98,44 (100)
Ka2	K—Lz	94,66(61,9)
Kp1	K—Mз	111,31(22,0)
Kpз	K—Mz	110,43(11,6)
Kp2	K—N2,3	114,34; 114,57 (12,3)
Lal	Lз—M5	13,62(100)***
La2	L3—M4	13,44 (10)
Lp2	L3-N5	16,43 (20)
LL	L3—Mi	11,62(1-3)
Lp1	L2—M4	17,22 (50)
Ly1	L2—N4	20,17(1-10)
Lp3	Li—Mз	17,45 (1-6)
Lp4	Li—M2	16,58 (3-5)

Использование трехосевой геометрии уменьшает полезную загрузку регистрируемого характеристического излучения, поэтому для её увеличения, увеличиваем значение тока трубки до $I=0,5\text{мА}$. При выбранных параметрах напряжения и тока трубки, экспозиция 120 секунд обеспечивает статистическую достоверность интенсивности пиков.

Согласно технологическому регламенту на переработку продуктивных растворов, диапазон определения U , г/дм^3 на рассмотренных нами этапах извлечения будет находится в интервале $0,001 \text{ г/дм}^3(\text{МС}) - 100 \text{ г/дм}^3(\text{ТД})$. Используемая нами трехосевая геометрия позволит значительно увеличить пороги чувствительности метода анализа за счет снижения уровней фона и избирательности возбуждения атомов определяемых элементов материалом вторичной мишени.

Важным моментом будет определение высоких концентраций урана в технологических растворах. Для этого проведём измерение образцов сравнения с известным содержанием U в диапазоне от 35 г/дм^3 до 100 г/дм^3 .

Для построения градуировочной кривой измеряем энергетические спектры образцов сравнения товарного десорбата урана. В таблице 3 приведены концентрации урана в образцах сравнения.

Таблица 3 – Образцы сравнения

№ образца	Содержание U, г/л
ОС-1	35,1
ОС-2	40,2
ОС-3	49,9
ОС-4	60,1
ОС-5	79,8
ОС-6	81,3
ОС-7	84,9
ОС-8	91
ОС-9	100,4

На рисунке 7 изображены энергетические спектры измеренных образцов сравнения. Интенсивности L-линий урана (выделены) преобладают на спектре.

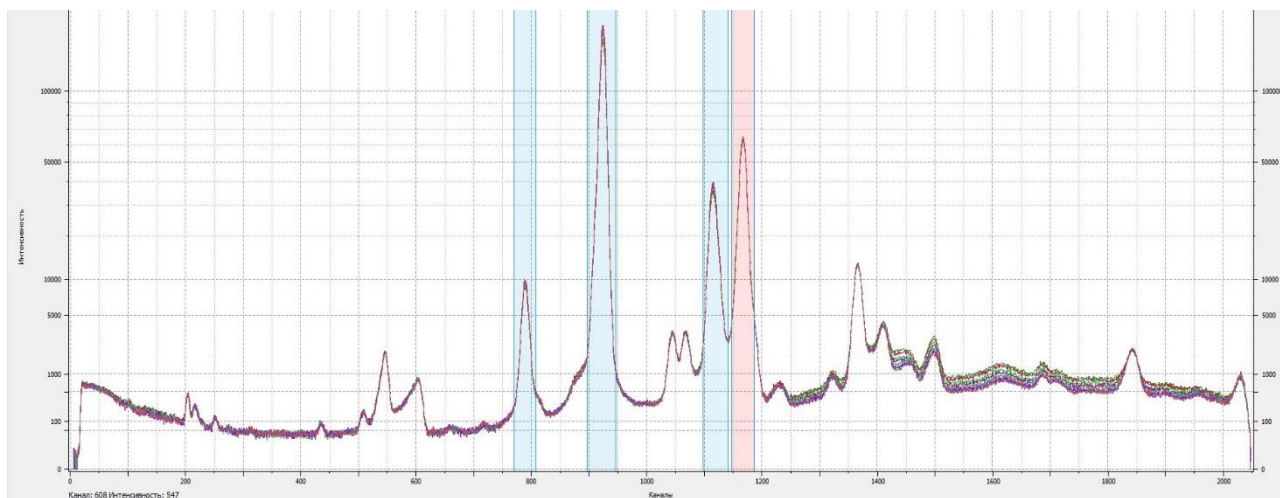


Рисунок 7 – Спектры образцов сравнения

Строим градуировочную кривую, сопоставляя значения содержаний урана в образцах сравнения и площади пиков урана на энергетических спектрах измеренных образцов. При построении графика зависимости площади пика урана от концентрации урана при массовом содержании в растворе близким к 100 г/дм³ и более, экспериментальная кривая зависимости не линейна и значение коэффициента наклона довольно мало, что указывает

на низкую чувствительность анализа. Причиной служит большая величина эффекта самопоглощения флуоресценции. Для учёта самопоглощения в программном обеспечении прибора используется метод «стандарт-фона», учитывающий изменение матрицы с помощью величины некогерентного рассеяния характеристического излучения материала вторичной мишени в пробе.

На рисунке 8 изображены две градуировочные кривые с использованием метода «стандарт-фона» (кривая 2) и без него (кривая 1). В таблице 4 приведены рассчитанные значения концентрации урана с использованием метода «стандарт-фона» и без него.

Необходимо обратить особое внимание на этот момент, в связи с тем, что потоки будут анализироваться в режиме реального времени, эффекты изменения матрицы измеряемого образца будут вносить значительную погрешность при расчёте концентрации.

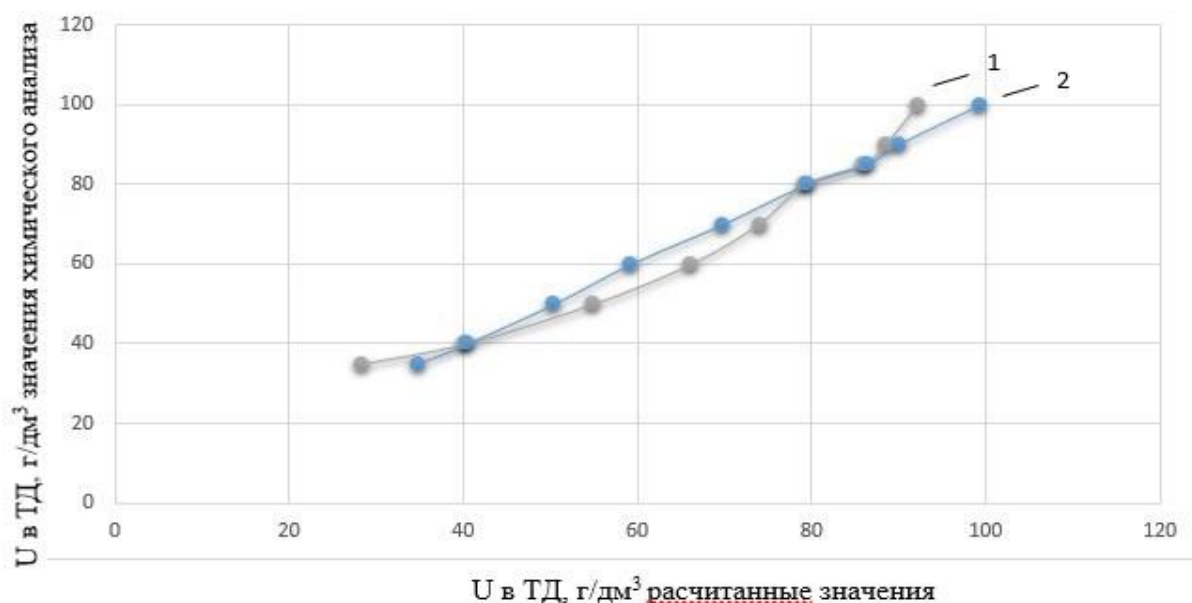


Рисунок 8 – Градуировочные кривые

Таблица 4 – Рассчитанные значения U, г/л

№ образца	Содержание U, г/л	Кривая-1	Кривая-2
ОС-1	35,1	28,36	34,76
ОС-2	40,2	40,17	40,35
ОС-3	49,9	54,99	50,41
ОС-4	60,1	66,21	59,25
ОС-5	79,8	74,08	69,85
ОС-6	81,3	79,31	79,47
ОС-7	84,9	85,97	86,38
ОС-8	91	88,55	90,06
ОС-9	100,4	92,32	99,43

Исходя из инструкции по определению урана рентгеноспектральным флуоресцентным методом [12], точность определения в диапазонах составляет:

- от 0,01 г/дм³ до 0,1 г/дм³ – не более 7 отн.%;
- от 0,1 г/дм³ до 100 г/дм³ – не более 5 отн. %.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что данная методика измерений урана РСФА методом пригодна для использования.

Конструктивные особенности спектрометра СРВ-1Н при использовании трехосевой геометрии подразумевают использование рентгеновской трубки с боковым анодом (БХ-15). По заявленным характеристикам производителя данная трубка имеет большой ресурс работоспособности. Однако опыт эксплуатации данных трубок на производстве при решении других аналитических задач, показал обратное. Также вносит роль материал анода трубки БХ-15 - W. Аналитические линии W лежат в области линий анализируемых элементов.

Использование проверенной временем трубки модификации БХ-10 (анод прострельного типа [14]) в спектрометре модели СРВ-1Н при трехосевой геометрии несёт ряд конструктивных сложностей, которые к тому же усложняют ремонт и техническое обслуживание. Поэтому в спектрометре СРВ-1Н с трубкой модификации БХ-10 используется прямая геометрия.

Для анализа больших содержаний в данном случае картина не меняется, однако загрузка полезного излучения при прямой геометрии будет

значительно больше, поэтому оптимальные напряжение и ток на рентгеновской трубке нужно будет принимать индивидуально для каждой аналитической задачи.

Другая ситуация обстоит с анализом низких содержаний. Для возбуждения характеристического излучения элемента пробы, необходимо первичное излучение с энергией несколько большей энергии его края поглощения. Значит, та компонента излучения рентгеновской трубки, энергия которой ниже края поглощения определяемого элемента, является мешающей, так как, рассеиваясь на пробе, она увеличивает фон в аналитической области.

Главный способ снижения фона - применение фильтрации первичного излучения. Способ позволяет снизить пороги обнаружения элементов, так как при фильтрации первичного излучения снижение фона происходит много быстрее снижения интенсивности аналитической линии, а значит, увеличивается контрастность аналитических линий.

На рисунке 9 изображены спектры с содержанием U – 5 г/л.

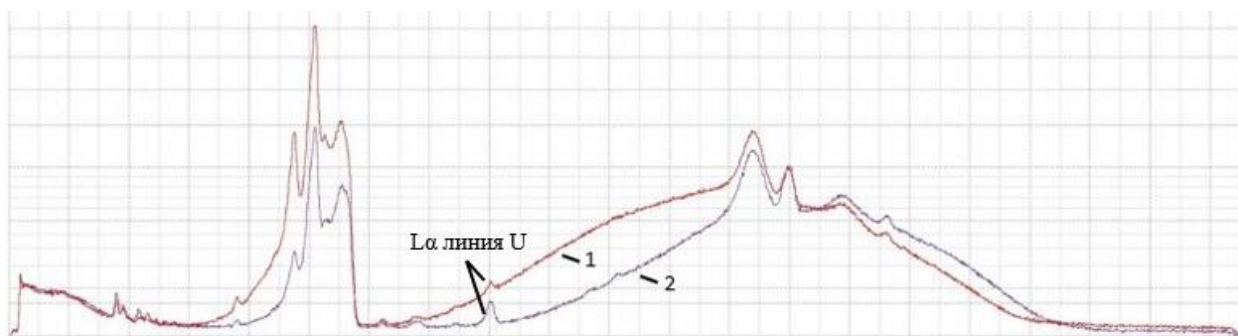


Рисунок 9 – 1. Энергетический спектр урана (концентрация U – 0.005 г/дм³) без фильтра. 2. Энергетический спектр урана (концентрация U – 0.005 г/дм³) и использованием Zn фильтра.

На рисунке 9 спектр от одной и той же пробы с использованием Zn-фильтра и без него. Для определения низких содержаний фильтрация первичного излучения будет обязательным моментом.

2.2 Разработка метода экспресс-анализа нитрат-ионов в технологическом потоке с помощью РСФА по величине когерентно и некогерентно рассеянных излучений

В работе [16] проведено сопоставление аналитических возможностей двух рентгеновских методов анализа легких элементов в тяжелой матрице: по интенсивности линии флуоресцентного спектра (РФА) и по соотношению пиков комптоновского и рэлеевского рассеяния - на примере системы железо-углерод в диапазоне концентраций углерода 0,03...1,4 мас.%. Оба метода дают для этой системы примерно одинаковые пределы обнаружения 0,03...0,07 мас.%. В РФА при малой интенсивности фонового сигнала удалось получить высокую концентрационную чувствительность $m = (1/I_f) \cdot (\partial I / \partial C) = 75$ %/мас.% и обеспечить точность измерений $\pm 0,025$ мас.%. Для измерения по соотношению пиков рассеяния получена концентрационная чувствительность 1,86%/мас.% (теоретическая - 2,05), поэтому для получения точности измерений 0,024 мас.% необходимо набирать в каждом из пиков не менее 10^7 имп., что требует времени измерения на Si (Li) - детекторе 500...1000 с. Резкое повышение концентрационной чувствительности метода с уменьшением атомного номера легкого элемента открывает хорошие перспективы для анализа водорода, для которого $m = 10...100$ %/мас.%, а предел обнаружения водорода в металлах - $\sim 10^{-4}$ мас.%.

В работе [13] показана возможность прямого количественного рентгеноспектрального определения углерода, водорода и кислорода в органических соединениях, состоящих из этих элементов. Для моделей органических соединений были рассчитаны интенсивности когерентно и некогерентно рассеянных линий CuK α и PdK α , проведена градуировка и оценены погрешности определения содержаний указанных элементов. Экспериментальные исследования были проведены на портативном рентгеновском спектрометре «Спектроскан МаКС-GV». Получены

удовлетворительные остаточные погрешности градуировочных характеристик.

Интенсивности когерентно и некогерентно рассеянных характеристических линий первичного излучения, определяемые элементным составом анализируемого материала, пропорциональны отношению соответствующих массовых дифференциальных коэффициентов рассеяния к массовым коэффициентам ослабления:

$$I^{cg} = I_0^{cg} \frac{\sum_i C_i \frac{d\sigma_i^{cg}}{d\Omega}}{\mu_m^{cg} \left(\frac{1}{\sin\varphi} + \frac{1}{\sin\Psi} \right)} \quad (3)$$

$$I^{nc} = I_0^{nc} \frac{\sum_i C_i \frac{d\sigma_i^{nc}}{d\Omega}}{\frac{\mu_m^{cg}}{\sin\varphi} + \frac{\mu_m^{nc}}{\sin\Psi}} \quad (4)$$

где C_i - содержания составляющих пробу элементов;

I^{cg} и I^{nc} - интенсивности когерентно и некогерентно рассеянного излучения;

$\frac{d\sigma_i^{cg}}{d\Omega}$ и $\frac{d\sigma_i^{nc}}{d\Omega}$ - массовые дифференциальные коэффициенты рассеяния когерентного и некогерентного излучения соответственно элементом i в элементарный телесный угол $d\Omega$ под углом рассеяния $\Theta = 90^\circ$;

μ_m^{cg} и μ_m^{nc} - массовые коэффициенты ослабления пробой когерентного (первичного) и некогерентного рассеянного излучения соответственно;

I_0^{cg} и I_0^{nc} - постоянные коэффициенты, не зависящие от состава пробы ($I_0^{nc} = I_0^{cg} = \frac{I_0 \times S}{R^2}$, I_0 - интенсивность первичного излучения, S - площадь образца, R - расстояние до детектора).

Массовый дифференциальный коэффициент рассеяния когерентного излучения был рассчитан по формуле:

$$\frac{d\sigma^k}{d\Omega} \approx \frac{d_e \sigma^T}{d\Omega} [Z(e^{-g} + 0,12)]^2, \quad (5)$$

$$\text{где } \frac{d_e \sigma^T}{d\Omega} = r^2 (1 + \cos^2 \theta) / 2$$

Z - атомный номер химического элемента,

$g = 5,91 / \lambda \sin(\theta/2) Z^{-1/3}$ - аргумент для атомного форм-фактора F .

Массовый дифференциальный коэффициент рассеяния некогерентного излучения был рассчитан по формуле[18]:

$$\frac{d\sigma^{\text{нк}}}{d\Omega} \approx \frac{d_e \sigma^{KNT}}{d\Omega} Z (1 - e^{-5v}), \quad (6)$$

$$\text{где } \frac{d_e \sigma^{KNT}}{d\Omega} = \frac{r^2}{2} \left(\frac{\lambda_s}{\lambda_1} \right)^2 \left(\frac{\lambda_1}{\lambda_s} + \frac{\lambda_s}{\lambda_1} - \sin^2 \theta \right), \quad (7)$$

r_0 – классический радиус электрона, равный $2.82 \cdot 10^{-13}$ см, λ_1 и λ_s – длины волн первичного и рассеянного фотона, соответственно,

$$v = \frac{\frac{2,21}{Z^{2/3}} \sin(\theta/2)}{\lambda} \text{ — параметр атомного форм-фактора } F$$

Рассчитанные коэффициенты поглощения и рассеяния для элементов, входящих в состав технологического раствора, представлены в таблице 5

Таблица 5 - Дифференциальные массовые коэффициенты рассеяния $d\sigma^{\text{cg}}/d\Omega$ и $d\sigma^{\text{nc}}/d\Omega$ (см²/г×ср*) и ослабления μ_m^{cg} и μ_m^{nc} (см²/г) при угле рассеяния 90°

Коэффициенты	ZnK α				
	H	N	O	S	U
$d\sigma^{\text{cg}}/d\Omega$	0,000721434	0,00957181	0,011932426	0,036103849	0,353341788
$d\sigma^{\text{nc}}/d\Omega$	2,28E-02	8,88E-03	8,53E-03	6,57E-03	2,07E-03
μ_m^{cg}	0,385	6,171	9,483	79,71	265,92
μ_m^{nc}	0,391437448	6,274183101	9,641561878	81,04280263	270,366354
Коэффициенты	CdK α				
	H	N	O	S	U
$d\sigma^{\text{cg}}/d\Omega$	0,000343892	0,001566805	0,001878233	0,005201083	0,075129556

Продолжение таблицы 5

$d\sigma^{nc}/d\Omega$	0,021749935	0,010716428	0,010628225	0,009727232	0,004205057
μ_m^{cg}	0,393	0,465	0,627	4,388	79,497
μ_m^{nc}	0,410627191	0,4858566	0,65512277	4,584814539	83,06267125

Из таблицы 5 следует, что поглощение падающего излучения происходит в основном атомами урана. Коэффициенты поглощения излучения атомов цинка и кадмия атомами урана на два порядка превышают коэффициенты поглощения этих излучений атомами азота. Аналогичная картина наблюдается и для коэффициентов когерентного рассеяния.

Совершенно иная ситуация для коэффициентов некогерентного рассеяния. Для излучения атомов цинка ($E_{Zn} = 8630 \text{ эВ}$) и кадмия ($E_{Cd} = 23106 \text{ эВ}$) коэффициенты рассеяния для атомов легких элементов из состава технологического раствора на порядок больше, чем коэффициенты некогерентного рассеяния атомами урана.

Отсюда можно сделать вывод, что интенсивность некогерентного рассеяния будет определяться концентрацией легких элементов в технологическом растворе, а, следовательно, концентрацией азота, входящего в состав нитрат-ионов.

Для подтверждения теоретических выводов по данным таблиц 5,6 и формулам 3,4 и были рассчитаны интенсивности рассеянного излучения от образцов растворов с известным содержанием всех компонентов, которые приведены в таблице 7. Состав исследуемых растворов в таблице 6.

Таблица 6 - Состав исследуемых растворов

№ образца	NO_3 , г/л	U, г/л	H_2SO_4 , г/л
1	36.40	0.99	24.00
2	39.10	1.67	22.10
3	42.20	1.70	23.00
4	44.00	1.79	22.80
5	52.10	1.13	19.90

Продолжение таблицы 6

6	53.00	0.95	22.30
7	58.90	1.03	22.10
8	59.70	1.39	19.20
9	62.10	1.28	19.60
10	64.40	1.46	22.30
11	67.60	1.40	19.60

Таблица 7 - Теоретически рассчитанные отношения интенсивности некогерентно рассеянных излучений атомов цинка и кадмия

$C_U, \text{г/дм}^3$	$C_{\text{нитрат}}, \text{г/дм}^3$	Номер пробы(спектра)	Отношение интенсивностей не когерентно рассеянных излучений атомов Zn и Cd
0.99	36.4	16093506.spe	16.98055
1.67	39.1	17092108.spe	16.98184
1.7	42.2	17091212.spe	16.9857
1.79	44	17091206.spe	16.98711
1.13	52.1	17092103.spe	16.98785
0.9	53	16093511.spe	16.99149
1.39	59.7	17092005.spe	16.99371
1.03	58.9	17091205.spe	16.99621
1.28	62.1	17092107.spe	16.99594
1.46	64.4	16093505.spe	17.00211
1.4	67.6	17091211.spe	17.00073

По данным таблицы 7 были построены зависимости отношения интенсивностей от концентрации нитратов.

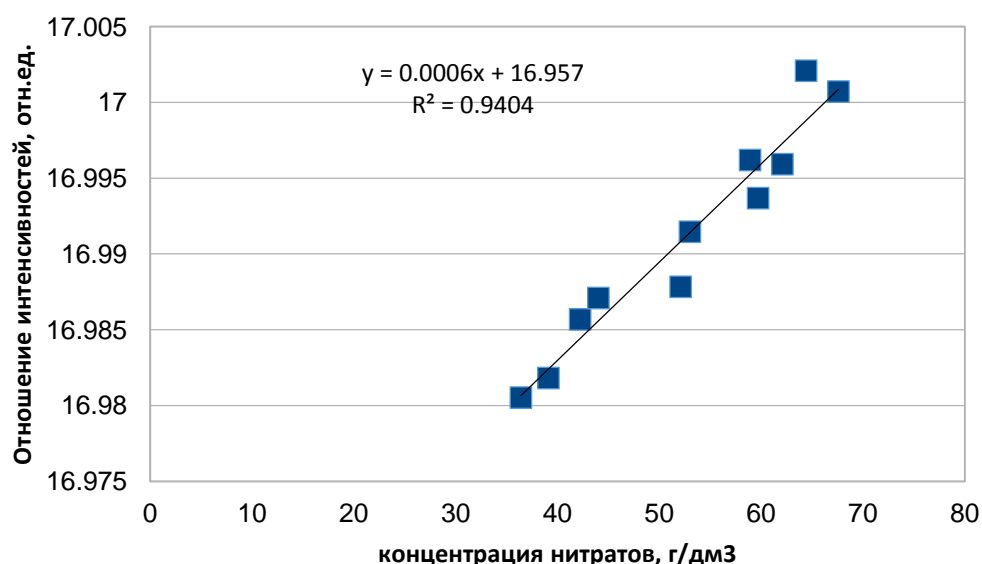


Рисунок 10 - Зависимость отношения интенсивностей некогерентно рассеянных излучений атомов Zn и Cd от концентрации нитратов.

Расчетные данные аппроксимируются уравнением прямой с критерием адекватности $R^2 = 0.94$, что подтверждает вывод о том, что некогерентное рассеяние происходит преимущественно на атомах легких элементов, в частности на атомах азота. Поэтому интенсивность рассеянного излучения будет пропорциональна концентрации азота.

Экспериментальная проверка теоретических выводов была выполнена на рентгенофлуоресцентном спектрометре типа СРВ-1 (модели СРВ-1Н, производство ТОО «ТехноАналит», Казахстан).

Для испытаний были подготовлены искусственные растворы близкие по составу к технологическим (таблица 8).

Таблица 8 - Состав технологического раствора ЦППР

№ п/п	Наименование раствора	Физические характеристики				Химический состав				
		V, см ³	m p-ра, г	ρ, г/см ³	m TDS, г	TDS, г/дм ³	U, г/дм ³	NO ₃ ⁻ , г/дм ³	H ₂ SO ₄ , г/дм ³	SO ₄ ⁻ , г/дм ³
1	Десорбирующий раствор ДР	5.0	5.15	1.03	0.26	52.8	1.85	63.7	15.8	14.4

Эксперимент был проведен при следующих условиях измерений:

Анод рентгеновской трубки –Ag, напряжение на рентгеновской трубке 42 кВ, ток анода 500 мкА, экспозиция 300 с.

В качестве вторичной мишени использовалась пластина из Zn, стенки камеры рассеяния обклеены фольгой из Cd. Таким образом, на зарегистрированных энергетических спектрах можно видеть пики рассеянного излучения атомов Cd и Zn (рисунок 11) в низкоэнергетической области спектра, средней и высокоэнергетической.

Для установления уравнения связи предполагали, что интенсивность рассеянного излучения зависит от концентрации нитратов.

$$C_{NO3} = F(I_{kgi}, I_{ncgi}) \quad (8)$$

Где I_{kg} , I_{nkg} -интенсивности когерентно и некогерентно рассеянного излучения i -той энергии.

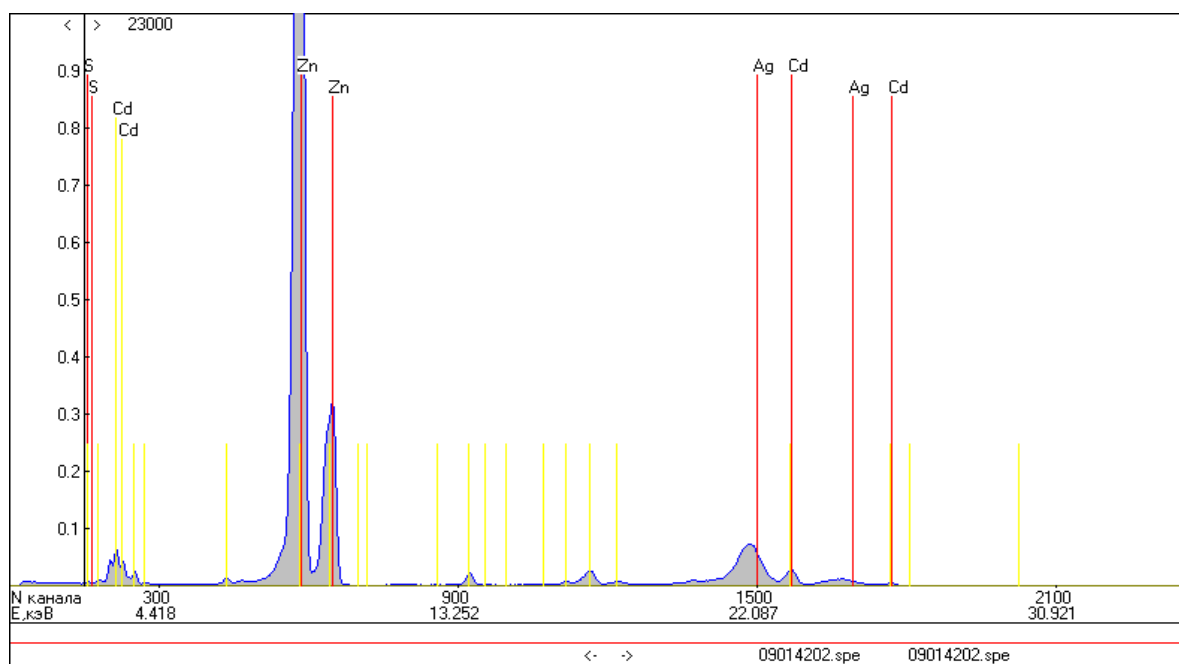


Рисунок 11 - Энергетический спектр от образца раствора с концентрацией нитратов 20 мг/дм³.

Для расчета концентрации нитратов использовались частные случаи общего уравнения связи:

$$C_i = a_0 + \sum_j a_j I_j + \sum_j c_j I_j^2 + I_i \sum_{i \neq j} d_{ij} I_j + \sum_j b_j R_j \quad (9)$$

где I_j - интенсивности когерентно и некогерентно рассеянных излучений атомов цинка и кадмия, R_j - их отношения.

Коэффициенты уравнения находят по интенсивностям, измеренным от образцов с известным содержанием нитратов, методом множественной регрессии.

Регрессионный анализ устанавливает формы зависимости между случайной величиной (зависимой) и значениями одной или нескольких переменных величин (независимых), причем значения последних считаются точно заданными. Такая зависимость обычно определяется некоторой математической моделью (уравнением регрессии), содержащей несколько неизвестных параметров. В ходе регрессионного анализа на основании выборочных данных находят оценки этих параметров, определяются статистические ошибки оценок или границы доверительных интервалов и проверяется соответствие (адекватность) принятой математической модели.

В таблице 9 представлены данные, полученные с использованием уравнения связи 9.

Представленные в таблице 5 результаты позволяют сделать следующие выводы:

1. Уравнение связи описывает зависимость изменения интенсивности рассеяния при изменении концентрации нитратов в растворе.
2. Повторяемость (степень близости друг к другу результатов первой и второй серии, измеренных одним и тем же оператором на одном оборудовании в пределах короткого промежутка времени) удовлетворительная.
3. Воспроизводимость (степень близости друг к другу результатов первой и третьей серии, измеренных разными операторами на одном оборудовании через значительный промежуток времени) удовлетворительная.
4. Стандартное отклонение S не превышает 6 г/дм^3 .

Таблица 9 - Данные, полученные с использованием уравнения связи 9.

Расчетная концентрация NO ₃ , г/дм ³	Измеренная на СРВ-1 в первой серии	Измеренная на СРВ-1 во второй серии	Измеренная на СРВ-1 в третьей серии	среднее из трех измерений	Среднеквадратичное отклонение, S, г/дм ³
20	19.8564	18.9061	23.4845	20.749	1.708506323
20	19.6678	21.7627	19.7318	20.38743	0.842479318
20	18.4755	18.7087	18.39	18.52473	0.116641252
20	17.4879	20.0194	20.0097	19.17233	1.031506244
20	23.2727	18.9448	20.7216	20.9797	1.538284972
40	40.4	40.8203	41.178	40.79943	0.275361184
40	41.3516	39.3879	37.5786	39.43937	1.334329207
40	42.9696	33.1272	46.0819	40.72623	4.781766594
40	44.9884	36.1406	42.6242	41.25107	3.239213838
40	40.3261	43.3231	45.8957	43.18163	1.971055638
60	61.4547	60.381	68.1997	63.34513	2.996941863
60	56.7711	62.2742	57.3381	58.79447	2.140301416
60+	60.3783	62.5734	59.9322	60.9613	0.99972524
60	62.2222	53.85	64.374	60.14873	3.931481401
60	59.7966	61.4983	58.6742	59.9897	1.005447888
80	72.6812	82.8792	81.6834	79.08127	3.941961721
80	80.672	72.4299	79.871	77.65763	3.213821487
80	79.7712	78.0081	74.6901	77.4898	1.824262929
80	84.1541	73.2265	86.8325	81.40437	5.096645174
80	73.1493	81.5677	81.0401	78.5857	3.334323332
99.9	105.008	96.5463		100.7772	5.98332545
99.5	101.158	99.637		100.3975	1.075509414
97.5	103.094	95.3852		99.2396	5.450944755
95	86.0206	92.4703		89.24545	4.560626607
100	100.861	95.8435	100.37	98.8451	99.5507

Таким образом, результаты теоретических и экспериментальных исследований показали возможность определения концентрации нитратов в технологических растворах уранового производства по интенсивностям рассеянного излучения.

2.3 Разработка узлов проточного аналитического прибора для определения концентрации урана и нитрат-ионов

Проточные аналитические приборы, разработанные и выпускаемые ТОО «ТехноАналит» (рисунок 12) в последнее время нашли широкое применение на уранодобывающих предприятиях Республики Казахстан.

Проточный аналитический прибор предназначен для экспрессного количественного определения содержания (массовых долей) химических элементов в технологических растворах.

В основе принципа действия спектрометра лежит рентгеновская флуоресценция атомов вещества, возбуждаемая первичным рентгеновским излучением в пробе с последующим разложением в спектр.

Источником первичного рентгеновского излучения является рентгеновская трубка. Питание рентгеновской трубки осуществляется высоковольтным источником питания.



Рисунок 12 – Проточный аналитический прибор

2.3.1 Первичное излучение рентгеновской трубки и его преобразование

Для создания первичного потока фотонов разных энергий попадающих на пробу в проточной кювете в приборе установлена рентгеновская трубка с анодом из вольфрама, вторичная мишень из молибдена, камера обклеена фольгой из кадмия. Таким образом, с пробой взаимодействуют фотоны с энергиями, представленными в таблице 10.

Таблица 10 – Энергии фотонов

№ п/п	Энергия, кэВ	Относительная интенсивность	линия	переход
1	2.473	0.52083	Mo_{Lb3}	L1-M3
2	2.455	0.36979	Mo_{Lb4}	L1-M2
3	2.394	0.90041	Mo_{Lb1}	L2-M4
4	2.293	0.81599	$Mo_{L\alpha1}$	L3-M5
5	17.477	0.54795	$Mo_{K\alpha1}$	K-L3
6	17.372	0.28658	$Mo_{K\alpha2}$	K-L2
7	19.606	0.14137	Mo_{Kb1}	K-M3
8	9.815	0.45167	W_{Lb3}	L1-M3
9	9.522	0.30849	W_{Lb4}	L1-M2
10	9.670	0.82146	W_{Lb1}	L2-M4
11	8.396	0.71869	$W_{L\alpha1}$	L3-M5
12	23.169	0.53706	$Cd_{K\alpha1}$	K-L3
13	22.980	0.28518	$Cd_{K\alpha1}$	K-L2
14	26.090	0.14769	$Cd_{K\beta1}$	K-M3
15	26.055	0.00000	$Cd_{K\beta3}$	K-M2
16	3.401	0.53135	$Cd_{L\beta3}$	L1-M3
17	3.366	0.32412	$Cd_{K\beta4}$	L1-M2
18	3.316	0.85397	$Cd_{K\beta1}$	L2-M4

2.3.2 Пробоотборник и измерительная ячейка

Объем измерительной ячейки отделен от внешней среды пленками, прозрачными для рентгеновского излучения. Толщина пленки выбирается из условия максимального прохождения излучения регистрируемой энергии. В случае анализа на нитраты, рабочими энергиями (в отличии от анализа на уран) являются как высокие, так и средние и низкие энергии. Поэтому в модернизированном приборе использованы пленки меньшей толщины.

На рисунке 13 изображён блок измерительных ячеек.



Рисунок 13 - Измерительные ячейки

Реальные пробы для РФА – это слой вещества толщиной m . В идеальном случае исследуемую пробу можно представить, как однородный материал, в котором равномерно по всему объему распределены атомы определяемого элемента. На рисунке 14 представлен пробоотборник, врезаемый в технологический трубопровод с помощью фланцевых соединений, обеспечивающий равномерный отбор пробы по сечению трубопровода.



Рисунок 14 - Пробоотборник с измерительной ячейкой

Несомненным достоинством анализа с использованием проточного прибора является тот факт, что выполняется анализ большого объёма пробы и в итоге мы получаем результат от представительной пробы.

Используя формулу (10) можно посчитать толщину анализируемой пробы для стационарного случая.

$$d_{\infty} = \frac{4.61}{\left(\frac{\mu^{Mo}}{\sin\varphi} + \frac{\mu^U}{\sin\varphi}\right)\rho_{\text{раств}}} \quad (10)$$

d_{∞} - толщина насыщенного слоя;

μ^{Mo} – массовый коэффициент ослабления Мо

μ^U – массовый коэффициент ослабления U

$\rho_{\text{раств}}$ – плотность раствора

Объём анализируемой пробы для стационарного случая можно рассчитать по формуле (11):

$$V = d_{\infty} \times S \quad (11)$$

V – объём кюветы;

d_{∞} - толщина насыщенного слоя.

S -площадь окна измерительной ячейки.

Таблица 11 - Полученные данные для стационарного метода

d_{∞}	$\rho_{\text{раств}}$	t	S	V
0.0467	2 г/см ³	300 с	9.08 см ²	0,42 см ³

Таблица 12 - Полученные данные для проточного метода

d_{∞}	$\rho_{\text{раств}}$	t	ϑ потока	V
0.0467	2 г/см ³	300 с	500 см/с	18681 см ³

Таким образом, исходя из объёма анализируемой пробы анализ на проточном приборе является более представительным.

Глава 3. Проведение промышленных испытаний и ввод в эксплуатацию проточных аналитических приборов на уранодобывающих предприятиях Республики Казахстан

3.1 Запуск проточного аналитического прибора СРВ-1Н на участке десорбции с СДК-1500

В промышленных условиях показателями процесса, кроме времени и степени десорбции элемента, является достижение максимальной концентрации извлекаемого элемента в ТД. Технологическими условиями и параметрами операции десорбционного концентрирования урана в аппарате СДК – 1 500, определяющими эффективность ведения процесса, являются параметры, описанные ниже:

- объем перегружаемого анионита, м³/ч;
- концентрация U в ТД, г/дм³;
- концентрация U в МД, г/дм³;
- концентрация NO₃-ионов в ДР, г/дм³;
- выход ТД, м³/ч;
- время десорбционного концентрирования, ч;

Проточный аналитический прибор ПАП позволяет проводить экспресс-анализ на содержание урана в технологических растворах в онлайн-режиме. Применение ПАП на данном участке извлечения способствует определению двух основных параметров: содержание урана в ТД (на выходе из колонны), содержание урана в МД (в «хвостах колонны»).

Постоянный контроль данных параметров позволяет:

- вести технологию извлечения согласно предписанным стандартам;
- снизить нагрузку на аналитическую лабораторию;
- проводить технологические испытания производственного оборудования;
- уменьшить затраты на аналитический контроль вышеупомянутых параметров.

Установка и монтаж проточного аналитического прибора (рисунок 15)
в ЦППР ТОО «ДП «Орталык»:

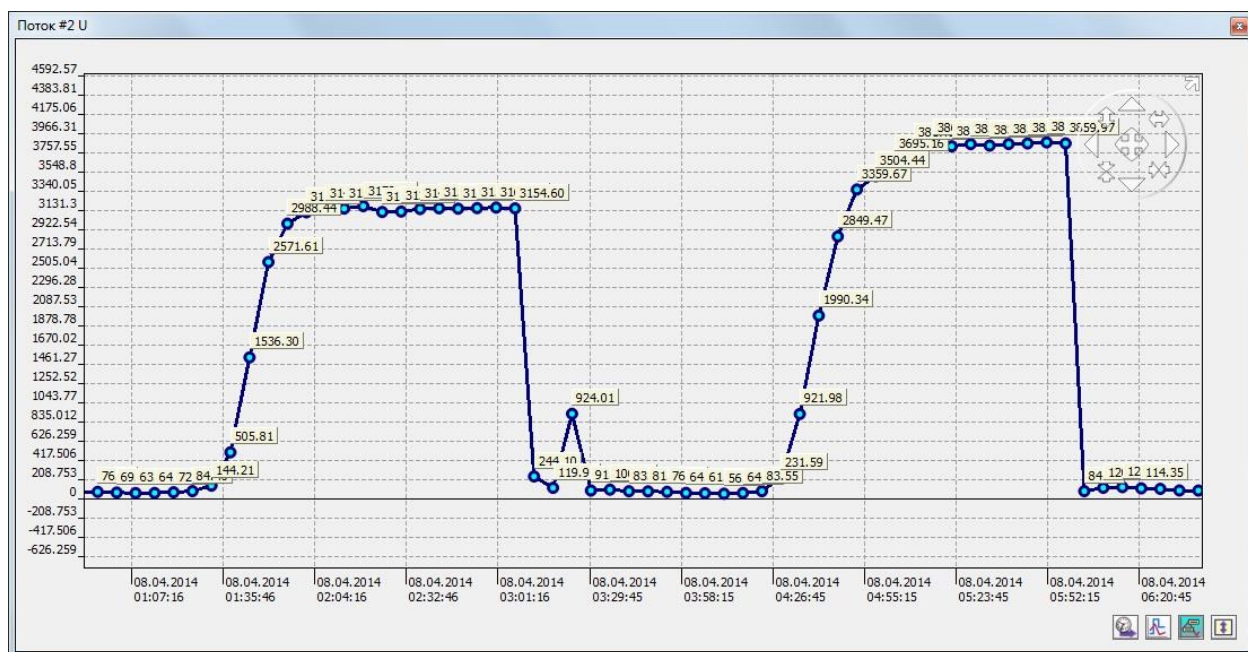


Рисунок 15 – ПАП на участке десорбции ТОО «ДП«Орталык»

Одним из основных преимуществ проточного аналитического прибора СРВ-1Н это возможность последовательного анализа шести потоков. Для оперативного контроля концентрации урана прибор был подключен к следующим технологическим линиям участка десорбции колонн СДК-1500:

- маточник донасыщения МД позиция 109/1;
- товарный десорбат ТД позиция 109/1;
- маточник донасыщения МД позиция 109/2;
- товарный десорбат ТД позиция 109/2;
- маточник донасыщения МД позиция 109/3;
- товарный десорбат ТД позиция 109/4.

На рисунке 16 вывод результатов концентрации U мг/л в маточнике донасыщения, с рабочего монитора ПАП в операторской ЦППР.



Для оценки точности получаемых результатов в течении нескольких смен периодически от всех потоков отбирались пробы растворов для определения концентрации урана в ТД и МД в химической лаборатории.

В таблице 13 представлены результаты анализов, полученные в химической лаборатории и на проточном аналитическом приборе.

Таблица 13 - Сравнение результатов, полученных в химической лаборатории и на проточном аналитическом приборе

№ пробы, время отбора	Результаты хим.анализа U в ТД, г/дм ³ поз. 109/1	Результаты анализа ПАП U в ТД, г/дм ³ поз. 109/1	Результаты хим. анализа U в МД, г/дм ³ поз. 109/1	Результаты анализа ПАП U в МД, г/дм ³ поз. 109/1
30.11.2019 12:00	81.47	80.64	1.40	1.38
30.11.2019 15:00	74.35	74.87	1.25	1.21
30.11.2019 17:00	69.45	68.91	1.88	1.85
30.11.2019 19:00	59.12	59.49	1.50	1.51
30.11.2019 21:00	65.73	66.41	1.48	1.44
30.11.2019 23:00	88.35	87.53	3.6	3.52
31.11.2019 01:00	74.35	75.12	2.5	2.48
31.11.2019 03:00	72.34	72.19	2.94	2.91
31.11.2019 05:00	69.45	70.24	1.83	1.79
31.11.2019 07:00	70.69	69.97	1.63	1.65
31.11.2019 09:00	74.00	73.25	2.75	2.71
31.11.2019 11:00	64.08	63.88	2.80	2.69
31.11.2019 13:00	53.74	55.13	3.64	3.66

Продолжение таблицы 13

31.11.2019 15:00	59.12	58.49	3.5	3.51
31.11.2019 17:00	58.7	57.51	2.5	2.44
31.11.2019 19:00	38.86	40.10	1.95	1.96

Из инструкции по определению урана рентгеноспектральным флуоресцентным методом, точность определения в диапазонах составляет:

- от 0,01 г/дм³ до 0,1 г/дм³ – не более 7 отн. %;
- от 0,1 г/дм³ до 100 г/дм³ – не более 5 отн. %.

Данные результатов анализа урана в ТД и МД (таблица 13) не превышают допустимых расхождений.

На основе вышеперечисленного можно утверждать о пригодности использования прибора при решении данной аналитической задачи.

3.2 Запуск проточного аналитического прибора СРВ-1Н на участке сорбции с СНК-3М

Продуктивные растворы с геотехнологического поля поступают в емкости продуктивных растворов, где происходит предварительный отстой крупной фракции механических взвесей и усреднение концентрации урана в растворе. Затем осветленные растворы ПР подаются в нижнюю часть колонн СНК-3М, заполненных сорбентом, для избирательной сорбции урана. При прохождении раствора через слой сорбента, происходит сорбция урана и фильтрация раствора от оставшихся механических взвесей.

В колоннах СНК-3М маточники сорбции выводятся в верхней части колонны. Содержание урана в МС не более 3 мг/л. Далее МС направляются в пескоотстойник ВР. ВР – главная точка контроля на производстве, показывающая безупречность работы ЦППР и определяющая сквозной коэффициент извлечения урана в ЦППР.

Постоянный аналитический контроль непосредственно в технологическом потоке на данном участке производства, позволит вести контроль «проскоков» урана в онлайн режиме, что в свою очередь будет

способствовать автоматизации сорбции и обеспечению эффективности извлечения.

Установка и монтаж проточного аналитического прибора СРВ-1Н (рисунок 17) в ЦППР на участке «Сателлит-2» ТОО «СП«Инкай»:



Рисунок 17 – ПАП на участке сорбции ТОО «СП«Инкай»

В ходе промышленных испытаний для оценки точности получаемых результатов в течении нескольких смен периодически от всех потоков отбирались пробы растворов для определения концентрации урана в МС в химической лаборатории. В таблице 14 представлены результаты анализов, полученные в химической лаборатории и на проточном аналитическом приборе.

Таблица 14 - Сравнение результатов, полученных в химической лаборатории и на проточном аналитическом приборе

№ пробы, время отбора	Результаты хим.анализа U в МС, г/дм ³ поз. IX-9	Результаты анализа ПАП U в МС, г/дм ³ поз. IX-9
16.02.2020 13:00	0.001	0.0010
16.02.2020 16:00	0.001	0.0011
16.02.2020 18:00	0.001	0.0011
16.02.2020 20:00	0.001	0.0011
16.02.2020 22:00	0.002	0.0019
16.02.2020 00:00	0.002	0.0022
17.02.2020 02:00	0.001	0.0010
17.02.2020 04:00	0.001	0.0011
17.02.2020 06:00	0.001	0.0011
17.02.2020 08:00	0.001	0.0010
17.02.2020 10:00	0.002	0.0021
17.02.2020 12:00	0.001	0.0012
17.02.2020 14:00	0.001	0.0010
17.02.2020 16:00	0.001	0.0011
17.02.2020 18:00	0.002	0.0019
17.02.2020 20:00	0.003	0.0031

Исходя из инструкции по определению урана рентгеноспектральным флуоресцентным методом, допустимые расхождения в данном интервале содержаний урана (0,001 г/дм³ – 0,01 г/дм³) составляют не более 22 отн.%. Данные результатов анализа урана в МС (таблица 14) не превышают допустимых расхождений.

На основе вышеперечисленного можно утверждать о пригодности использования прибора при решении данной аналитической задачи.

3.3 Запуск проточного аналитического прибора СРВ-1Н на участке приготовления десорбирующего раствора

На САС раствор аммиачной селитры с высокими концентрациями по нитрат-ионов в реакторах растворения и буферной ёмкости готовится на основе технической воды, или маточников фильтрации с пресс-фильтров, или маточников денитрации путем доукрепления раствором аммиачной селитры в зависимости необходимого баланса металла и нитрат-ионов.

При промышленных испытаниях в ЦППР рудника «Северный Харасан» ТОО «Байкен-У» в качестве анализируемых потоков для максимальной эффективности работы проточного аналитического прибора (рисунок 18) используются следующие технологические линии (рисунок 19): узел приготовления десорбирующего раствора - линия десорбирующего раствора ДР (определение NO_3 , U), линия маточника денитрации МД (определение NO_3 , U), линия с приготовленным максимально насыщенным нитратами раствором (определение NO_3 , U).



Рисунок 18 – ПАП на узле приготовления ДР

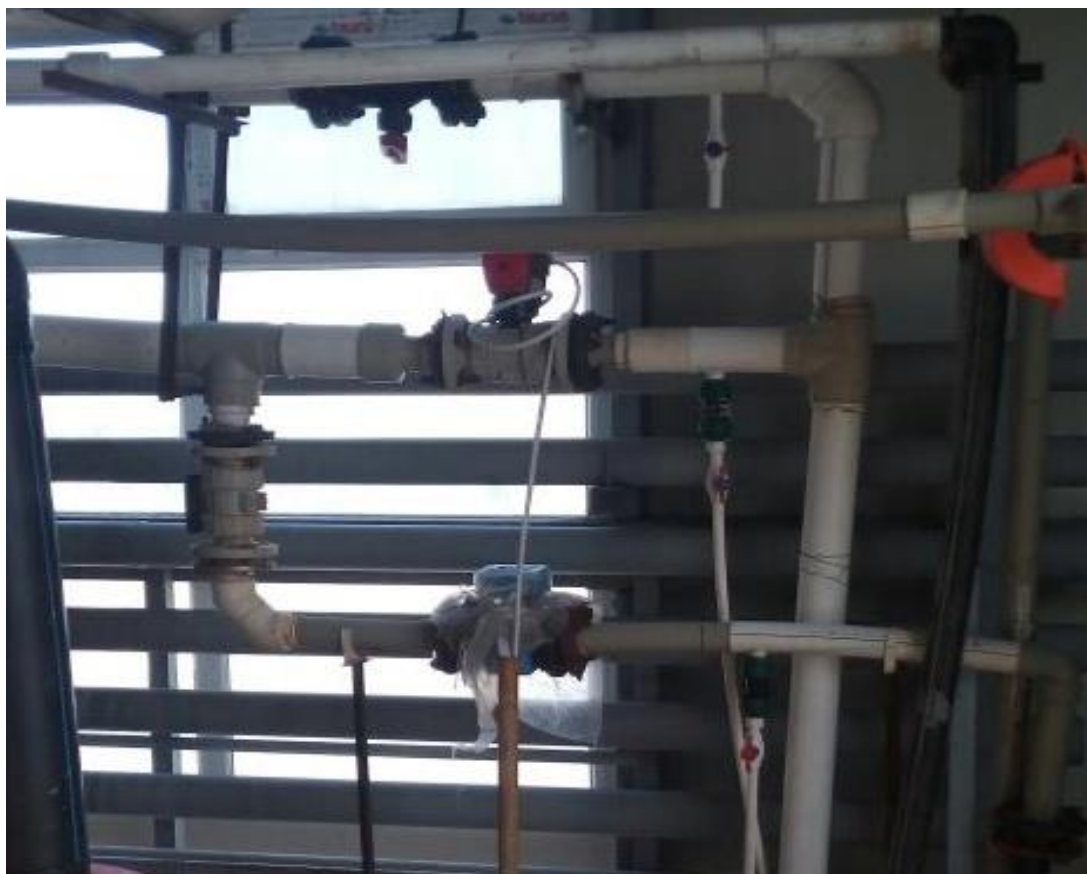


Рисунок 19 – Технологические линии узла приготовления ДР

В дальнейшем на прибор были поданы потоки растворов, концентрация элементов в которых определялась автоматически через определённый промежуток времени. Результаты отображались на экране и фиксировались в памяти компьютера оператора смены.

Для оценки точности получаемых результатов в течении всех смен периодически от всех потоков отбирались пробы растворов для определения концентрации урана и нитрат – ионов в химической лаборатории. В таблице 15 представлены результаты анализов, полученные в химической лаборатории и на проточном аналитическом приборе.

Таблица 15 - Сравнение результатов, полученных в химической лаборатории и на проточном аналитическом приборе

№ пробы, время отбора	Результаты химического анализа U, г/дм ³	Результаты анализа ПАП U, г/дм ³	Результаты химического анализа NO ₃ , г/дм ³	Результаты анализа ПАП NO ₃ , г/дм ³
30.09.2019 12:00	0.86	0.95	-	-
30.09.2019 15:00	2.10	2.11	-	-
30.09.2019 17:00	2.30	2.37	-	-
30.09.2019 19:00	1.80	1.39	57.9 (40.5)	43.4208
30.09.2019 21:00	2.00	1.84	40.1	40.416
30.09.2019 23:00	0.48 (0.71)	0.70 (0.70)	44.6	40.8342
01.10.2019 01:00	1.10	1.03	31.4	39.0271
01.10.2019 03:00	0.24	0.18	19.0 (20.7)	24.6861
01.10.2019 05:00	0.22	0.23	31.4 (27.3)	26.7177
01.10.2019 07:00	1.30 (0.77)	0.78 (0.79)	45.5	37.4186
01.10.2019 09:00	1.20	0.99	50.0	40.9261
01.10.2019 11:00	3.80	3.58	39.3 (38.0)	37.6009
01.10.2019 13:00	3.90 (2.5)	2.44 (2.5)	40.7	42.3746
01.10.2019 15:00	3.50	1.83	42.2	43.8378
01.10.2019 17:00	3.30 (1.8)	1.84 (1.84)	41.8	46.8449
01.10.2019 19:00	0.80	0.86	37.2	40.611
01.10.2019 21:00	0.72	0.68	29.4	34.933
01.10.2019 23:00	1.90	1.75	35.6	44.8034
02.10.2019 01:00	1.40	1.21	33.5	39.7782
02.10.2019 03:00	1.40	1.32	47.1	41.9309

*Примечание: в скобках результат повторного анализа.

По данным результатам, в соответствии с РМГ 63-2003 «Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки», были рассчитаны погрешности определения концентрации нитратов на проточном аналитическом приборе. Результаты оценки погрешности представлены в таблицах 16 – 21.

Таблица 16 - Исходные данные по оценке содержания элемента

Обозначение ОО	Аттестованное значение, $C_m(\text{г/дм}^3)$	Погрешность аттестованного значения Δ_0 (г/дм ³)	№ серии.	Результат единичного анализа, мг/дм ³ .	
				X_{mII}	X_{mIN}
АС-01	40.8000	2.0000	1	42.3746	38.7207
			2	40.416	43.1433
			3	40.8342	37.294
			4	39.0271	40.2736
			5	40.9261	41.7759
АС-02	35.8000	2.0000	1	39.7782	37.4695
			2	33.9	31.9
			3	37.4186	35.3412
			4	36.6	33.4008
			5	34.933	33.5241
АС-03	43.8000	2.0000	1	43.8378	44.9895
			2	46.8449	45.8294
			3	41.9309	44.264
			4	43.4208	40.821
			5	44.611	48.512
АС-04	25.5000	2.0000	1	24.6861	27.0839
			2	27.30000	28.50000
			3	24.8000	25.2915
			4	26.5000	24.7000
			5	24.8000	21.1000

Таблица 17 - Результаты оценки показателя повторяемости элемента

№ результата ед. анализа	Результат единичного анализа, %.			S_{ml}^2	$G_{m(\max)}$	$G_{\text{табл}}$	σ_{rm}	r_{rm}
	X_{mII}	X_{mIN}	\bar{X}_{ml}					
1	42.3746	38.7207	40.5477	6.67549261	0.375	0.841	1.8867	5.2263
2	40.4160	43.1433	41.7797	3.71908265				
3	40.8342	37.2940	39.0641	6.26650802				
4	39.0271	40.2736	39.6504	0.77688113				
5	40.9261	41.7759	41.3510	0.36108002				
6	39.7782	37.4695	38.6239	2.66504785	0.396	0.841	1.6083	4.4549
7	37.4186	35.3412	36.3799	2.15779538				
8	33.9000	31.9000	32.9000	2.00000000				
9	36.6000	33.4008	35.0004	5.11744032				
10	34.9330	33.5241	34.2286	0.99249961				
11	43.8378	44.9895	44.4137	0.66320644	0.511	0.841	1.7255	4.7798
12	46.8449	45.8294	46.3372	0.51562013				
13	41.9309	44.2640	43.0975	2.72167781				

Продолжение таблицы 17

14	43.4208	40.8200	42.1204	3.38208032	0.562	0.841	1.5608	4.3234
15	44.6000	48.5000	46.5500	7.60500000				
16	24.6861	27.0839	25.8850	2.87472242				
17	27.3000	28.5000	27.9000	0.72000000				
18	24.8000	25.2915	25.0458	0.12078612				
19	26.5000	24.7000	25.6000	1.62000000				
20	24.8000	21.1000	22.9500	6.84500000				

Таблица 18 - Результаты оценки прецизионности элементов

№	Результаты анализа, %						S_m	GR_m max	GR_m min	GR табл.	σ_{Rm}	R_{Rm}
	$\bar{X}m1$	$\bar{X}m2$	$\bar{X}m3$	$\bar{X}m4$	$\bar{X}m5$	$\bar{X}m$						
1	40.5477	41.7797	39.0641	39.6504	41.3510	40.4786	1.6350	0.80	0.87	1.715	1.6350	4.5290
2	38.6239	36.3799	32.9000	35.0004	34.2286	35.4265	2.3577	1.36	1.07	1.715	2.3577	6.5309
3	44.4137	46.3372	43.0975	42.1204	46.5500	44.5037	2.1672	0.94	1.10	1.715	2.1672	6.0032
4	25.8850	28.2000	25.0458	25.6000	22.9500	25.5362	2.0660	1.29	1.25	1.715	2.0660	5.7229

Таблица 19 - Результаты оценки показателя правильности

№	C_m	$\bar{X}m$	Δ_{om}	$ \Theta m $	S_m	t_m	$t_{табл}$	Δ_{cm}	U_{om}	U_m
1	40.30	40.4786	2.00	0.1786	1.1342	0.142	2.780	2.4719	1.00	1.5370
2	35.80	35.4265	2.00	0.3735	2.1870	0.247	2.780	2.9660	1.00	2.2715
3	43.80	44.5037	2.00	0.7037	1.9503	0.486	2.780	2.8363	1.00	2.0920
4	25.50	25.5362	2.00	0.0361	1.8809	0.025	2.780	2.8000	1.00	2.0405

Таблица 20 - Результаты оценки показателя точности

№	C_m	σ_{Rm}	σ_{cm}	Δ_m	U_{Rm}	U_m	U
1	40.3000	1.6350	1.1213	3.8858	1.6350	1.5370	4.4881
2	35.8000	2.3577	1.3988	5.3732	2.3577	2.2715	6.5479
3	43.8000	2.1672	1.3269	4.9807	2.1672	2.0920	6.0243
4	25.5000	2.0660	1.3067	4.7914	2.0660	2.0405	5.8075

Таким образом, в результате проведенных исследований разработан метод экспресс-анализа концентрации нитрат – ионов в технологических растворах уранового производства со следующими метрологическими характеристиками:

Таблица 21 – Значения показателей точности результатов анализа

Обозначение определяемого элемента	Диапазон измерений массовой концентрации, C	Показатель повторяемости, σ_r	Показатель прецизионности, $\sigma_{R_{\lambda}}$	Показатель точности ($P=0,95$, $n=2$), Δ^*
NO_3^-	от 20,00 до 100,00 включ.	1.88	6.53	5.37

*Соответствует расширенной неопределенности результатов анализа для уровня доверия, примерно, $P=0,95$ и коэффициента охвата $k=2$.

Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Введение

Основной задачей данного раздела является оценка перспективности разработки и планирование финансовой и коммерческой ценности конечного продукта, предлагаемого в рамках НИ. Коммерческая ценность определяется не только наличием более высоких технических характеристик, но и тем, будет ли продукт востребован на рынке, какова будет его цена, какой бюджет научного исследования, какое время будет необходимо для продвижения разработанного продукта на рынок.

Данный раздел, предусматривает рассмотрение следующих задач:

- Оценка коммерческого потенциала разработки.
- Планирование научно-исследовательской работы;
- Расчет бюджета научно-исследовательской работы;
- Определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности исследования.

Цель работы – описание внедрения проточных аналитических приборов при получении товарного десорбата урана в уранодобывающих компаниях Республики Казахстан. В качестве исследуемого метода, выступает метод рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного анализа содержания урана и нитрат-ионов в технологических растворах в онлайн режиме. Для повышения эффективности извлечения урана необходимо проанализировать и решить все технические и аналитические проблемы при внедрении проточных аналитических приборов.

4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений

В процессе работы рассматривалось внедрение проточного прибора, где основным конкурентом внедрения был традиционный химический метод анализа определения вышеуказанных компонентов (содержания урана и нитрат-ионов) в технологических потоках.

Детальный анализ необходим, для того чтобы определить достоинства и недостатки каждого из методов.

Вариант 1 – рентгенофлуоресцентный анализ в потоке;

Вариант 2 – химический анализ.

Данный анализ производится с применением оценочной карты, приведенной в таблице 22. Экспертная оценка производится по техническим характеристикам и экономическим показателям по 5 бальной шкале, где 1 – наиболее низкая оценка, а 5 – наиболее сильная. Общий вес всех показателей в сумме должен составлять 1.

Таблица 22 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Вар. 1	Вар. 2	Вар. 1	Вар. 2
1	2	3	4	5	6
Технические критерии оценки эффективности					
Перечень измеряемых химических элементов	0,1	5	3	0,5	0,3
Диапазон измеряемых концентраций и нижний предел обнаружения	0,1	5	5	0,5	0,5
Точность (погрешность) измерений	0,1	4	4	0,4	0,4
Время анализа (экспрессность)	0,2	5	1	1	0,2
Безопасность	0,1	5	4	0,5	0,4
Экономические критерии оценки эффективности					
Стоимость одного анализа	0,14	4	2	0,56	0,28
Предполагаемый срок эксплуатации	0,16	3	4	0,48	0,64
Сопутствующие затраты метода	0,1	5	3	0,5	0,3
Итого	1	36	26	4,44	3,02

Расчет конкурентоспособности, определяется по формуле:

$$K = \sum B_i \cdot B_i, \quad (12)$$

где K – конкурентоспособность проекта; B_i – вес показателя (в долях единицы); B_i – балл показателя.

Проведенный анализ конкурентных технических решений показал, что по наиболее важным критериям, внедрение проточного аналитического прибора несёт ряд преимуществ для аналитического контроля на уранодобывающем предприятии.

4.1.2 SWOT-анализ

SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта.

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта.

Таблица 23 – SWOT-анализ

	Strengths (сильные стороны) S1. Большой перечень определяемых элементов; S2. Низкий порог обнаружения элементов; S3. Экспрессность метода; S4. Дешевизна анализа данным методом; S5. Возможность включения в систему автоматизации; S6. Вывод информации по концентрации в режиме реального времени; S7. Актуальность метода при определении содержания нитрат-ионов.	Weaknesses (слабые стороны) W1. Наличие квалифицированного персонала при обслуживании; W2. Отсутствие возможности анализа лёгких элементов по характеристическим линиям этих элементов; W3. Ограниченный срок службы рентгеновской трубки.
Opportunities (возможности) O1. Возможность анализа других лёгких компонентов в технологических растворах используя рассеянное излучение; O2. Использование результатов исследований для решения аналитических задач не только для уранодобывающей отрасли;	O1O2O3O4S1S2S3S4S5S6 – использовать опыт и наработки при промышленной эксплуатации, учитывая все сильные стороны метода, для увеличения рынка внедрения.	O1W2 – продолжать проводить эксперименты и исследования для анализа содержания лёгких элементов применяя рассеянное излучение.

<p>О3. Повышение роли автоматизации аналитического контроля уранодобывающего производства;</p> <p>О4. Применение научных исследований в зарубежных компаниях;</p> <p>О5. Большое увеличение спроса на уран на мировом рынке.</p>		
<p>Threats (угрозы)</p> <p>T1. Большое снижение спроса на уран на мировом рынке;</p> <p>T2. Введение дополнительных государственных требований к сертификации для устройств с ионизирующим излучением;</p> <p>T3. Использование схожих технологий и разработок, а также снижение стоимости на собственную продукцию у конкурентов.</p>	<p>T1S4 – при снижении спроса на уран, возникнет необходимость увеличения эффективности и экономии производства и добычи урана, что в свою очередь может сделать продукт нашего проекта более востребованным.</p>	<p>T3W1W2W3 – слабые стороны нашего проекта являются общими и для конкурентов, т.к. это общие проблемы рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного анализа. Нашей задачей будет усовершенствование технических характеристик, а также упрощение эксплуатации оборудования.</p>

Таблица 24 – Связь сильных сторон с возможностями

	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7
O1	+	+	+	+	+	+	-
O2	+	+	+	+	+	+	-
O3	+	+	+	+	+	+	-
O4	+	+	+	+	+	+	-
O5	-	-	-	-	-	-	-

Таблица 25 – Связь слабых сторон с возможностями

	W1	W2	W 3
O1	-	+	-
O2	-	-	-
O3	-	-	-
O4	-	-	-
O5	-	-	-

Таблица 26 – Связь сильных сторон с угрозами

	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7
T1	-	-	-	+	-	-	-
T2	-	-	-	-	-	-	-
T3	-	-	-	-	-	-	-

Таблица 27 – Связь слабых сторон с угрозами

	W1	W2	W 3
T1	-	-	-
T2	-	-	-
T3	+	+	+

Исходя из результатов проведённого анализа, следует заключить, что сильные стороны проекта преобладают над угрозами и слабыми сторонами проекта. В некоторой степени угрозы могут стать положительными возможностями для проекта. Плодотворная работа над слабыми сторонами и возможностями позволит укрепить свои позиции в отношении конкурентов.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Комплекс предполагаемых работ включает в себя следующие задачи:

- определить структуру работ в рамках исследования;
- определить участников каждой работы;
- установить продолжительность работ;
- построить график проведения отдельных этапов исследования.

Для выполнения данного исследования (проекта) необходимо сформировать рабочую группу, в состав которой входят руководитель и инженер. Для каждой из запланированных работ, необходимо выбрать исполнителя этой работы.

Разработанный список задач и производимых работ, в рамках проектирования, а также распределение исполнителей по этим работам, представлен в виде таблицы 28.

Таблица 28 – Список производимых задач и работ и их исполнители

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель

Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований	Руководитель
			Инженер
	3	Подбор и изучение материалов по теме	Инженер
	4	Календарное планирование работ по проекту	Руководитель
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Инженер
	6	Проведение опытных испытаний и экспериментов	
	7	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими и практическими исследованиями	
Обобщение и оценка результатов	8	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель
			Инженер
Контроль и координирование проекта	9	Контроль качества выполнения проекта и консультирование исполнителя	Руководитель
Разработка технической документации и проектирование	10	Оценка эффективности производства и применения проектируемого изделия	Инженер
	11	Технико-экономические расчеты	Инженер
	11	Составление пояснительной записки	Инженер

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения

Основная часть стоимости разработки проекта составляется из трудовых затрат, поэтому важно определить трудоемкость работ всех участников разработки проекта.

Несмотря на то, что трудоемкость зависит от трудно учитываемых параметров, т.е. носит вероятностный характер, ее можно определить экспертным путем, в «человеко-днях». Ожидаемое (среднее) значение трудоемкости $t_{ожц}$ определяется по формуле:

$$t_{ожц} = \frac{3t_{\min i} + 2t_{\max i}}{5}, \quad (13)$$

где $t_{\min i}$ – минимально возможное время выполнения поставленной задачи исполнителем (является оптимистичной оценкой: при удачном стечении обстоятельств), чел.-дн.; $t_{\max i}$ – максимально возможное время выполнения поставленной задачи исполнителем (является пессимистичной оценкой: при неудачном стечении обстоятельств, чел.-дн.

На основании расчетов ожидаемой трудоемкости работ, необходимо определить продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p :

$$T_{pi} = \frac{t_{oji}}{q_i}, \quad (14)$$

Где q_i – количество исполнителей, одновременно выполняющих поставленную задачу, чел.

Диаграмма Ганта является наиболее удобным и наглядным способом представления графика проведения работ.

Диаграмма Ганта представляет собой отрезки, размещенные на горизонтальной шкале времени. Каждый отрезок соответствует отдельной задаче или подзадаче. Начало, конец и длина отрезка на шкале времени соответствуют началу, концу и длительности задачи.

Для построения графика Ганта, следует, длительность каждой из выполняемых работ из рабочих дней перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой, для каждого исполнителя расчеты производятся индивидуально:

$$T_{ki.рук} = T_{pi} \cdot k_{кал}, \quad (15)$$

$$T_{ki.инж} = T_{pi} \cdot k_{кал}, \quad (16)$$

где $k_{кал}$ – календарный коэффициент.

Календарный коэффициент определяется по формуле:

$$k_{кал.рук} = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{вых} - T_{пр}}, \quad (17)$$

$$k_{\text{кал.инж}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (18)$$

где $T_{\text{кал}}$ – общее количество календарных дней в году; $T_{\text{кал}}$ – общее количество выходных дней в году; $T_{\text{пр}}$ – общее количество праздничных дней в году.

Расчет трудоемкости и продолжительности работ:

$$t_{\text{ож.и}} = \frac{3t_{\text{min.и}} + 2t_{\text{max.и}}}{5}, \quad (19)$$

$$T_{\text{pi}} = \frac{t_{\text{ож.и}}}{q_i}. \quad (20)$$

Расчет календарного коэффициента для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$k_{\text{кал.инж}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}. \quad (21)$$

Расчет календарной продолжительности выполнения работы:

$$T_{\text{к.инж}} = T_{\text{pi}} \cdot k_{\text{кал}}. \quad (22)$$

Расчет календарного коэффициента для шестидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$k_{\text{кал.рук}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}. \quad (23)$$

Расчет календарной продолжительности выполнения работы:

$$T_{\text{к.инж}} = T_{\text{pi}} \cdot k_{\text{кал}}. \quad (24)$$















Все полученные значения в календарных днях округляются до целого числа, а затем сводятся в таблицу 29

Таблица 29 – Временные показатели проектирования

Название работы	Трудоёмкость работ						Длительно сть работ в рабочих днях T_{pi}		Длительно сть работ в календарн ых днях T_{ki}	
	t_{min} , чел-дни		t_{max} , чел-дни		$t_{ожi}$, чел-дни					
	Руководи тель	Инженер	Руководи тель	Инженер	Руководи тель	Инженер	Руководи тель	Инженер	Руководи тель	Инженер
Составление и утверждение технического задания	2		5		3,2		3,2		4	
Выбор направления исследований	1	2	3	3	1,8	2,4	0,9	1,2	1	2
Подбор и изучение материалов по теме		2		3		2,4		2,4		4
Календарное планирование работ по проекту	1		2		1,4		1,4		2	
Проведение теоретических расчетов и обоснований		3		5		3,8		3,8		6
Проведение опытных испытаний и экспериментов		8		10		8,8		8,8		13
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими и практическими исследованиями		4		5		4,4		4,4		7
Оценка эффективности полученных результатов	2	3	4	4	2,8	3,4	1,4	1,7	2	3
Контроль качества выполнения проекта и консультирование исполнителя	3		5		3,8		3,8		6	
Оценка эффективности производства и применения проектируемого изделия		10		14		11,6		11,6		17
Технико-экономические расчеты		12		14		12,8		12,8		19
Составление пояснительной записки		13		14		13,4		13,4		20

После расчета и сведения в таблицу временных показателей проектирования, на основе полученной таблицы строится диаграмма Ганта (Таблица 30).

Таблица 30 – Диаграмма Ганта

№	Вид работ	Исп	T_{ki} кал. дн.	Продолжительность работ											
				февр			март			апр			май		
				1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	Исп1													
2	Выбор направления исследований	Исп1 Исп2													
3	Подбор и изучение материалов по теме	Исп2													
4	Календарное планирование работ по проекту	Исп1													
5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Исп2													
6	Проведение опытных испытаний и экспериментов	Исп2													
7	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими и практическими исследованиями	Исп2													
8	Оценка эффективности полученных результатов	Исп1 Исп2							 						
9	Контроль качества выполнения проекта и консультирование исполнителя	Исп1													
10	Оценка эффективности производства и применения проектируемого изделия	Исп2													
11	Технико-экономические расчеты	Исп2													
12	Составление пояснительной записки	Исп2													

Примечание:



– Исп. 1 (научный руководитель),



– Исп. 2 (инженер)

Таблица 31 – Сводная таблица по календарным дням

	Количество дней
Общее количество календарных дней для выполнения работы	121
Общее количество календарных дней, в течение которых работал инженер	81
Общее количество календарных дней, в течение которых работал руководитель	17

В результате выполнения подраздела был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера, позволяющий оценить и спланировать рабочее время исполнителей, а также рассчитано количество дней, в течение которых работал каждый из исполнителей.

4.3 Бюджет научно-технического исследования

При планировании бюджета научного исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых затрат (расходов), необходимых для его выполнения:

- материальные затраты;
- затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы.

В процессе формирования бюджета, планируемые затраты группируются по статьям.

4.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода.

Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены). В эту же статью включаются затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов). Результаты по данной статье заносятся в таблицу 32.

Таблица 32 – материальные затраты

Наименование материалов	Цена за ед., руб.	Кол-во, ед.	Сумма, руб.
Комплект канцелярских принадлежностей	637,00	1	637,00
Картридж для лазерного принтера	974,00	1	974,00
Бумага офисная формат А4	224,00	1	224,00
Итого:	1835,00		

Цены приняты на основании прайс-листа поставщика материалов: <https://bizcom.kz/>, <https://abdi.kz/>.

4.3.2 Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением или использованием специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования или его использования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене.

4.3.2.1 Расчет амортизации специального оборудования

Расчёт амортизации производится на находящееся в использовании оборудование. В итоговую стоимость проекта входят отчисления на амортизацию за время использования оборудования.

Расчет амортизации проводится следующим образом:

Норма амортизации:

$$H_A = \frac{1}{n}, \quad (25)$$

где n – срок полезного использования в количестве лет.

Амортизация:

$$A = \frac{H_A \cdot I}{12} \cdot m, \quad (26)$$

где I – итоговая сумма, тыс. руб.; m – время использования, мес.

Таблица 33 – Затраты на оборудование

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во ед.	Срок полезного использования, лет	Время использования, мес.	H_n , %	Цена оборудования, руб.	Амортизация
1	Спектрометр рентгенофлуоресцентный типа СРВ-1	1	6	0.5	17	4655172.00	32974.14
2	Ноутбук Acer Extensa 2510	1	4	3.5	25	37141.00	2708.20
3	Принтер HP LaserJet 1022	1	5	1.2	20	8103.00	162.06
Итого:		35844.40					

4.3.3 Основная и дополнительная заработная плата исполнителей

темы

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера и руководителя, помимо этого необходимо рассчитать расходы по заработной плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада.

Основная заработная плата $Z_{осн}$ одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p, \quad (27)$$

где $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата, руб.; T_p – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

Для шестидневной рабочей недели (рабочая неделя руководителя):

$$З_{\text{он}} = \frac{З_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{о}}}, \quad (28)$$

где $З_{\text{м}}$ – должностной оклад работника за месяц; $F_{\text{о}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени исполнителей, раб.дн.; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года.

- при отпуске в 28 раб. дня – $M = 11,2$ месяца, 5-дневная рабочая неделя;
- при отпуске в 56 раб. дней – $M = 10,3$ месяца, 6-дневная рабочая неделя;

Для пятидневной рабочей недели (рабочая неделя инженера):

$$З_{\text{он}} = \frac{З_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{о}}}. \quad (29)$$

Должностной оклад работника за месяц:

Для руководителя:

$$З_{\text{м}} = З_{\text{мс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{о}}) k_{\text{р}} \quad (30)$$

Для инженера:

$$З_{\text{м}} = З_{\text{мс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{о}}) k_{\text{р}}, \quad (31)$$

где $З_{\text{мс}}$ – заработная плата, согласно тарифной ставке, руб.; $k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, равен 0,3; $k_{\text{о}}$ – коэффициент доплат и надбавок, равен 0,2; $k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равен 1,3.

Таблица 34 – Баланс рабочего времени исполнителей

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	366	366
Количество нерабочих дней - выходные дни и праздничные дни	66	120
Потери рабочего времени - отпуск - невыходы по болезни	56/-	28/-
Действительный годовой фонд рабочего времени	244	218

Таблица 35 – Расчет основной заработной платы исполнителей

Исполнители НИ	$Z_{мс}, руб$	k_{np}	k_{∂}	k_p	$Z_m, руб$	$Z_{\partial n}, руб$	$T_p, раб.дн.$	$Z_{осн}, руб$
Руководитель	26300	0,3	0,2	1,3	51285	2165,9	11	23824,9
Инженер	17000	0,3	0,2	1,3	33150	1703,1	60	102186
Итого:								126010,9

Дополнительная заработная плата определяется по формуле:

Для руководителя:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 23824,9 \cdot 0,15 = 3573,7 \text{ руб.}$$

Для инженера:

$$Z_{доп} = k_{доп} \cdot Z_{осн} = 102186 \cdot 0,15 = 15327,9 \text{ руб.}$$

где $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимаем равным 0,15).

4.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды определяется по формуле:

Для руководителя:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} (Z_{осн} + Z_{доп}) = 0,3 \cdot (23824,9 + 3573,7) = 8219,6 \text{ руб.}$$

Для инженера:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} (Z_{осн} + Z_{доп}) = 0,3 \cdot (102186 + 15327,9) = 35254,2 \text{ руб.}$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование). Общая ставка взносов составляет в **2020** году – **30%** (ст. 425, 426 НК РФ).

4.3.5 Накладные расходы

Накладными расходами учитываются прочие затраты организации, такие как: печать и ксерокопирование проектировочных документов, оплата услуг связи.

Накладные расходы в целом:

$$Z_{накл} = (\text{сумма статей 1-5}) \cdot 0,2 = (1835 + 35844,40 + 126010,9 + 18901,6 + 43473,8) \cdot 0,2 = 45213,1 \text{ руб.}$$

где k_{np} – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величина коэффициента принимается равной 0,2.

4.3.6 Бюджетная стоимость

На основании полученных данных по отдельным статьям затрат составляется бюджет НИ по форме, приведенной в таблице 36.

Таблица 36 – Группировка затрат по статьям

Статьи затрат							
1	2	3	4	5	6	7	8
Сырье, материалы	Амортизация	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Итого без накладных расходов	Накладные расходы	Итого бюджетная стоимость
1835	35844,40	126010,9	18901,6	43473,8	226065,7	45213,1	271278,8

4.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

4.4.1 Интегральный показатель финансовой эффективности

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета нескольких вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп. } i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (32)$$

где $I_{\text{финр}}^{\text{исп. } i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта.

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля).

В связи с тем, что разработка данного научного исследования имеет только одно исполнение, то

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}} = 271278.8/271278=1$$

4.4.2 Интегральный показатель ресурсоэффективности

Необходимо произвести оценку ресурсоэффективности проекта, определяемую посредством расчета интегрального критерия, по следующей формуле:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (33)$$

где: I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности; a_i – весовой коэффициент проекта; b_i – бальная оценка проекта, устанавливаемая опытным путем по выбранной шкале оценивания.

Расставляем бальные оценки и весовые коэффициенты в соответствии с приоритетом характеристик проекта, рассчитываем конечный интегральный показатель и сводим полученные результаты в таблицу 37.

Таблица 37 – Сравнительная оценка характеристик проекта

Критерии	Весовой коэффициент	Бальная оценка НИ
1. Точность анализа	0,2	4
2. Стабильность работы	0,2	5
3. Экспрессность	0,3	5
4. Ремонтопригодность	0,2	5
5. Простота эксплуатации	0,1	4
Итого:	1	

Расчет интегрального показателя для разрабатываемого проекта:

$$I_{p1} = 0.2 \cdot 4 + 0.2 \cdot 5 + 0.3 \cdot 5 + 0.2 \cdot 5 + 0.1 \cdot 4 = 4.7$$

4.4.3 Интегральный показатель эффективности

Интегральный показатель эффективности определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{исп.1} = \frac{I_{p-исп.1}}{I_{исп.1}^{финр}} = 4.7/1 = 4.7$$

Таблица 38 – Сводная таблица показателей оценки ресурсоэффективности

№ п/п	Показатели	НИ
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4.7
3	Интегральный показатель эффективности	4.7

В результате выполнения изначально сформулированных целей раздела, можно сделать следующие выводы:

- анализ конкурентоспособности показал, что научное исследование по наиболее важным критериям имеет ряд преимуществ;

- при проведении планирования был разработан план-график выполнения этапов работ для руководителя и инженера, позволяющий оценить и спланировать рабочее время исполнителей;

- составлен бюджет, позволяющий оценить научного исследования, которые составляют 271278,8 руб.;

- сравнение интегральных показателей эффективности позволяет понять и выбрать наиболее эффективный вариант решения поставленной технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности. Техническое решение, рассматриваемое в НИ не имеет иных вариантов исполнения, поэтому вариант решения технической задачи, описанный в НИ, с позиции финансов и ресурсов эффективен.

Глава 5. Социальная ответственность

Введение

В данной магистерской диссертации приведены данные по промышленным эксплуатационным испытаниям с учётом возможностей проточного аналитического прибора на основе рентгенофлуоресцентного спектрометра СРВ-1Н. Проточный аналитический прибор использовался для определения в режиме реального времени концентраций урана и нитрат-ионов в технологических потоках уранодобывающих компаний АО НАК «Казатомпром». Работы проводились в течении нескольких лет на разных предприятиях, таких как ТОО «СП «Инкай», ТОО «Байкен-U», АО «СП«Акбастау», также работы по исследованию проводились в научно-исследовательской лаборатории ТОО «ТехноАналит».

В разделе социальной ответственности планируется провести анализ факторов производственной среды и принятия решений для улучшения условий труда. Для чего будут проанализированы вредные и опасные факторы производства.

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

5.1.1 Специальные правовые нормы трудового законодательства

К работе со спектрометром допускаются лица, не моложе 18 лет и не имеющие противопоказаний для работ с источниками ионизирующего излучения, прошедшие специальный вводный инструктаж и инструктаж по безопасности труда на рабочем месте. Для операторов не ниже 2 группы допуска, для ремонтного персонала - не ниже 4 группы допуска по электробезопасности. При работе со спектрометром необходимо соблюдать общие требования по Санитарным правилам [20] и нормам «Санитарные гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности» СП СЭТОРБ 2019 [17] а также ОСП 72/84 (Основные санитарные правила работы

с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений) [18].

Согласно СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 [19] при работе на персональном компьютере определяются следующие требования:

1. К работе на персональном компьютере допускаются лица, прошедшие обучение безопасным методам труда, вводный инструктаж, первичный инструктаж на рабочем месте;

2. Работник обязан:

- Выполнять только ту работу, которая определена его должностной инструкцией;

- Содержать в чистоте рабочее место;

- Соблюдать меры пожарной безопасности;

- Соблюдать режим труда и отдыха в зависимости от продолжительности, вида и категории трудовой деятельности.

3. Длительность рабочей смены не более 8 ч (480 мин);

4. Установление 2 регламентированных перерывов, учитываемых при установлении нормы выработки: длительностью 20 мин через 1 – 2 ч после начала смены, длительностью 30 мин примерно через 2 ч после обеденного перерыва;

5. Обеденный перерыв длительностью не менее 40 мин примерно в середине смены. Регламентированные перерывы должны использоваться для активного отдыха и лечебно-профилактических мероприятий и процедур.

При 12 часовой рабочей смене регламентированные перерывы должны устанавливаться в первые 8 часов работы аналогично перерывам при 8-часовой рабочей смене, а в течение последних 4 часов работы, независимо от категории и вида работ, каждый час продолжительностью 15 минут.

Виды трудовой деятельности разделяются на 3 группы: группа А - работа по считыванию информации с экрана компьютера с предварительным запросом; группа Б - работа по вводу информации; группа В - творческая

работа в режиме диалога с компьютером. При выполнении в течение рабочей смены работ, относящихся к разным видам трудовой деятельности, за основную работу с компьютером следует принимать такую, которая занимает не менее 50% времени в течение рабочей смены или рабочего дня.

Для видов трудовой деятельности устанавливается 3 категории тяжести и напряженности работы с компьютером, которые определяются: для группы А - по суммарному числу считываемых знаков за рабочую смену, но не более 60 000 знаков за смену; для группы Б - по суммарному числу считываемых или вводимых знаков за рабочую смену, но не более 40 000 знаков за смену; для группы В - по суммарному времени непосредственной работы с компьютером за рабочую смену, но не более 6 ч за смену.

В зависимости от категории трудовой деятельности и уровня нагрузки за рабочую смену при работе с компьютером устанавливается суммарное время регламентированных перерывов (Таблица 39).

Таблица 39 - Суммарное время регламентированных перерывов в зависимости от продолжительности работы, вида и категории трудовой деятельности с компьютером

Категория работы	Уровень нагрузки за рабочую смену при видах работ			Суммарное время регламентированных перерывов, мин.	
	группа А, кол-во знаков	группа Б, кол-во знаков	группа В, ч	при 8-часовой смене	при 12-часовой смене
I	до 20 000	до 15 000	до 2	50	80
II	до 40 000	до 30 000	до 4	70	110
III	до 60 000	до 40 000	до 6	90	140

5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны

Анализ условий труда в лаборатории является одной из основных задач организации рабочего места. Согласно СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 организация рабочего места заключается в выполнении ряда мероприятий, обеспечивающих рациональный и безопасный трудовой процесс, и эффективное использование орудий и предметов труда, что повышает производительность и способствует снижению утомляемости работающих. Удобное и рациональное расположение органов управления позволяет исключить лишние движения.

Рабочие места операторов выполняем также с учетом требований технической эстетики:

- планировка рабочего места избавляет работающих от лишних и утомительных трудовых движений, и обеспечивает удобную рабочую позу;
- рабочее место обеспечено инструментами и приспособлениями, необходимыми для работы, а также для личной безопасности; вблизи рабочего места установлены ящики или шкафы для хранения инструмента и личных вещей;
- рабочее место в соответствии с санитарными нормами освещено и провентилировано, постоянно содержится в чистоте; не захламлено, нет хаотичного хранения инструмента и материалов.

Рабочее место инженера – конструктора должно отвечать требованиям к организации и оборудованию рабочих мест с компьютером для взрослых пользователей в соответствии с СанПин 2.2.2/2.4.1340-03:

1. Высота рабочей поверхности стола для взрослых пользователей должна регулироваться в пределах 680 - 800 мм; при отсутствии такой возможности высота рабочей поверхности стола должна составлять 725 мм.

2. Рабочий стол должен иметь пространство для ног высотой не менее 600 мм, шириной – не менее 500 мм, глубиной на уровне колен - не менее 450 мм и на уровне вытянутых ног – не менее 650 мм.

3. Конструкция рабочего стула должна обеспечивать:

- ширину и глубину поверхности сиденья не менее 400 мм;
- поверхность сиденья с закругленным передним краем;
- высоту опорной поверхности спинки 300 ± 20 мм, ширину - не

менее 380 мм и радиус кривизны горизонтальной плоскости - 400 мм;

- угол наклона спинки в вертикальной плоскости в пределах ± 30 градусов;

4. Клавиатуру следует располагать на поверхности стола на расстоянии 100 - 300 мм от края, обращенного к пользователю, или на специальной, регулируемой по высоте рабочей поверхности, отделенной от основной столешницы.

Создание благоприятных условий труда и правильное оформление рабочих мест, имеет большое значение, как для облегчения труда, так и для повышения его привлекательности, положительно влияющей на производительность труда.

5.2 Профессиональная социальная безопасность

5.2.1 Анализ вредных и опасных факторов которые, может создать объект исследования

Объектом исследования является энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр модели СРВ-1Н. В основе принципа спектрометра лежит рентгеновская флуоресценция атомов вещества, возбуждаемая первичным рентгеновским излучением в пробе с последующим разложением в спектр. Источником первичного рентгеновского излучения является рентгеновская трубка. Питание рентгеновской трубки осуществляется высоковольтным источником питания.

Для создания оптимальных и геометрически воспроизводимых условий возбуждения, первичное излучение рентгеновской трубки направляется с помощью коллимирующих устройств на анализируемый образец. Рентгеновская флуоресценция атомов анализируемого образца направляется с помощью коллимирующих устройств на входное окно полупроводникового детектора, преобразуется им в электрические сигналы, пропорциональные энергии данного флуоресцентного излучения. Далее сигналы усиливаются зарядочувствительным предусилителем и формируются в энергетический спектр с помощью процессора спектрометрических импульсов.

Рентгеновская трубка, коллимирующие устройства и полупроводниковый детектор расположены в измерительной камере, которая представляет собой массивный блок из алюминия с защитой от рентгеновского излучения, и включает в себя все те области, в которых распространяется излучение и размещается кювета с пробой или сплошной образец. С помощью программного обеспечения спектрометра производится обработка полученных от анализируемого образца спектров и определение массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

Для идентификации потенциальных факторов был использован ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация». Перечень возможных опасных и вредных факторов, характерных для объекта исследования представлены в таблице 40.

Таблица 40 – Опасные и вредные факторы объекта исследования

№	Фактор	Нормативные документы
1	Воздействие ионизирующего излучения	НРБ-99/2009, СП СЭТОРБ 2019
2	Поражение электрическим током	ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность

5.2.2 Анализ вредных и опасных факторов которые, могут возникнуть при проведении исследований

Для идентификации потенциальных факторов был использован ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация». Перечень возможных опасных и вредных факторов, характерных для проведения исследования представлены в таблице 41.

Таблица 41 – Опасные и вредные факторы, которые могут возникнуть при проведении исследований

№	Фактор	Нормативные документы
1	Превышение уровня шума	Требования к уровню шума на рабочих местах и производственной вибрации устанавливаются согласно СН 2.2.4/2.1.8.562–96.
2	Недостаточная освещённость	СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение.
3	Отклонение показателей микроклимата	СанПиН 2.2.4 – 548 – 96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
4	Повышенный уровень электромагнитных излучений	СанПин 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах.
5	Психофизиологические факторы	Р 2.2.2006-05 Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда.
6	Воздействие ионизирующего излучения	ОСП 72/84, СП СЭТОРБ 2019 СанПиН 2.6.1.2523-09, Нормы радиационной безопасности НРБ–99/2009
7	Поражение электрическим током	ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность.

5.2.3 Обоснование мероприятий по защите исследователя от действия опасных и вредных факторов

Мероприятиями по защите исследователя от действия опасных и вредных факторов являются организационные меры в соответствии с основными требованиями нормативных документов:

1. Превышение уровня шума. Шум и вибрация ухудшают условия труда, оказывают вредное воздействие на организм человека, а именно, на органы слуха и на весь организм через центральную нервную систему. В результате этого ослабляется внимание, ухудшается память, снижается реакция, увеличивается число ошибок при работе. Шум может создаваться работающим оборудованием, установками кондиционирования воздуха, осветительными приборами дневного света, а также проникать извне.

Шум рабочего состояния рентгенофлуоресцентного спектрометра и уровни шума на рабочих местах пользователей персональных компьютеров [21] не должны превышать значений, утверждённых СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Рабочая зона соотносится с категорией 3 тип «в» комфорт согласно ГОСТ 12.1.012-90 ССБТ. При значениях выше санитарных норм спектральных показателей вибрационной нагрузки на оператора необходимо предусмотреть средства коллективной (СКЗ) и индивидуальной защиты (СИЗ). К СКЗ относятся: устранение причин шума или существенное его ослабление в источнике образования; изоляция источников шума от окружающей среды средствами звуко- и виброизоляции, звуко- и вибропоглощения; применение средств, снижающих шум и вибрацию на пути их распространения. В качестве материала можно использовать минеральную вату, гипсокартон, стекловату, базальтовую вату, древесное волокно, вспененный полиэтилен и др. К СИЗ - применение защитных средств органов слуха: наушники, беруши, антифоны.

2. Недостаточная освещённость. Уровень освещённости, на рабочем месте [22], должен соответствовать условиям работы и быть оптимальным

по яркости. Световой спектр должен максимально соответствовать дневному освещению, так как оно оптимально соответствует человеческой физиологии. Очень высокий уровень освещенности, так же, как и недостаточный, приводит к быстрому утомлению зрения. Освещение должно быть равномерным на всей площади рабочего места, так как при переносе взгляда с более освещенных на менее освещенные участки рабочего места и наоборот происходит понижение остроты зрения на достаточно долгий промежуток времени. Требования к уровню освещенности в производственных помещениях утверждены сводом правил СП 52.13330.2011 Естественное и искусственное освещение. Норма освещённости лабораторий научно-технических, термических, физических, спектро-графических, стилометрических, фотометрических, микроскопных, рентгеновских, рентгено-структурного анализа, механических, радиоизмерительных, электронных устройств составляет не менее 400 лк.

Для производственных помещений всех назначений применяются системы общего (равномерного или локализованного) и комбинированного (общего и местного) освещения. Выбор между равномерным и локализованным освещением проводится с учётом особенностей производственного процесса и размещения технологического оборудования. Система комбинированного освещения применяется для производственных помещений, в которых выполняются точные зрительные работы. Применение одного местного освещения на рабочих местах не допускается. Учитывая особенности процесса работы на спектрометре типа СРВ (не требуется освещения для проведения работ высокой точности) возможно применение схемы общего равномерного освещения.

3. Отклонение показателей микроклимата. Микроклиматом производственных помещений - называют метеорологические условия внутри помещений. Эти условия определяются действующим [23] на организм человека рядом факторов. В этот ряд входят температура воздуха,

влажность, скорость движения воздуха и тепловое излучение. Так же на микроклимат влияет набор физических факторов, оказывающих влияние на состояние человека. Это теплообмен человека с окружающей средой и факторы, определяющие самочувствие. Такие факторы как работоспособность, здоровье и производительность труда. Перегрев организма наступает при высокой температуре воздуха и высокой относительной влажности, которые сопровождаются низкой подвижностью воздушной массы. Симптомами перегрева являются – учащение пульса, ощущение слабости, сильное потоотделение, увеличение температуры тела, иногда головная боль. Переохлаждение организма возникает при наличии низкой температуры воздуха и высокой влажности в сочетании с высокой подвижностью воздушной массы. При наступлении переохлаждения снижается температура тела, происходит сужение кровеносных сосудов, возникают сбои в работе сердечно-сосудистой системы. Санитарными нормами, установленными для производственных помещений (СанПиН 2.2.4 – 548 – 96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений) утверждены оптимальные и допустимые интервалы температуры воздуха, относительной влажности и скорости движения воздушных масс. Нормативы установлены с учетом тяжести выполняемой работы и времени года.

В таблице 42 отражены наиболее оптимальные климатические параметры в производственных помещениях для категории легких работ. К таковым относятся работы, которые выполняются сидя и не требуют высокого физического напряжения.

Таблица 42 - Оптимальные климатические параметры

Период года	Температура ,°C	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с, не более
Холодный	22-24	40-60	0,1
Тёплый	23-25	40-60	0,1

4. Основными источниками электромагнитного излучения в данной работе являются системный блок ПЭВМ и экран видеомонитора. Воздействие электромагнитного поля может стать причиной учащённого пульса, дыхания, повышения артериального давления, возникновения головных болей, ослабления внимания и замедления реакции. В соответствии с СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 [24] напряжённость электромагнитного поля на расстоянии 50 см вокруг экрана по электрической составляющей должна быть не более: – в диапазоне частот 5 Гц-2 кГц: 25 В/м; – в диапазоне частот 2 кГц-400 кГц: 2,5 В/м. Плотность магнитного потока должна быть не более: – в диапазоне частот 5 Гц-2 кГц: 250 нТл; – в диапазоне частот 2 кГц-400 кГц: 25 нТл. При длительной и монотонной работе за ПЭВМ работники неизбежно сталкиваются с нервно-психическими перегрузками, связанными с напряжённостью трудового процесса, возникающими от умственного перенапряжения, в том числе вызванного информационной нагрузкой; монотонностью труда, эмоциональным перенапряжением. Для минимизации действия данного фактора необходимо соблюдать режим труда и отдыха.

5. При длительной и монотонной работе на ПЭВМ работники неизбежно сталкиваются с нервно-психическими перегрузками, связанными с напряжённостью трудового процесса [25], возникающим от умственного перенапряжения, в том числе вызванного информационной нагрузкой, монотонностью труда, эмоциональным перенапряжением. Для минимизации действия данного фактора необходимо соблюдать режим труда и отдыха.

6. Воздействие ионизирующего излучения. Источником первичного рентгеновского излучения в спектрометре является рентгеновская трубка. Питание рентгеновской трубки осуществляется высоковольтным источником питания. Нарушении техники безопасности при работе на спектрометре, а также несоблюдении правил эксплуатации спектрометра, может привести к облучению рассеянным ионизирующим излучением.

Главная цель радиационной безопасности – охрана здоровья людей от вредного воздействия ионизирующего излучения путем соблюдения основных принципов и норм радиационной безопасности. Главным документом по радиационной безопасности при организации работ с источниками ионизирующих излучений является ОСП 72/84 (Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений).

Для обеспечения радиационной безопасности при нормальной эксплуатации источников ионизирующего излучения необходимо руководствоваться следующими основными принципами. Принцип нормирования – непревышение допустимых пределов индивидуальных доз облучения граждан от всех источников ионизирующего излучения. Принцип обоснования – запрещение всех видов деятельности по использованию источников ионизирующего излучения, при которых полученная для человека и общества польза не превышает риск возможного вреда, причиненного дополнительным облучением. Принцип оптимизации – поддержание на возможно низком и достижимом уровне с учетом экономических и социальных факторов индивидуальных доз облучения и числа облучаемых лиц, при использовании любого источника ионизирующего излучения. Для обоснования расходов на радиационную защиту при реализации принципа оптимизации предлагает, что облучение в коллективной эффективной дозе в 1 чел./Зв приводит к потере 1 чел./года жизни населения.

Под влиянием ионизирующего излучения в организме может происходить торможение функции кроветворных органов, нарушение нормальной свертываемости крови и увеличение хрупкости кровеносных сосудов, снижение сопротивляемости организма инфекционным заболеваниям и др. Необходимо применять защитные меры, которые должны предотвращать радиоактивное загрязнение воздуха, поверхности рабочих

помещений, кожи и одежды персонала. Для этого существуют допустимые уровни доз, которые может получить человек. Уровни разделяются в соответствии с категорией по нормам радиационной безопасности. Персонал (группа А) - лица, работающие с техногенными источниками, ионизирующими излучением, или находящиеся по условиям работы в сфере их воздействия (группа Б). Население - все лица, включая персонал вне работы. Пределы допустимых доз для персонала групп А и Б приведены в таблице 43.

Таблица 43 – пределы допустимых доз

Нормируемые величины	Пределы доз	
	Персонал группы А	Население
Эквивалентная доза	20 мЗв	1мЗв
Эквивалентная доза за год		
В хрусталике	150 мЗв	15 мЗв
В коже	500 мЗв	50 мЗв
В кистях и стопах	500 мЗв	50 мЗв

Пределы доз и допустимые уровни для персонала группы Б равны 1/4 от группы А. Значения проектной мощности эквивалентной дозы для стандартной продолжительности пребывания в помещениях и на территориях персонала и населения приведены в таблице 44 (согласно Санитарно-гигиеническим требованиям по обеспечению радиационной безопасности).

Таблица 44 – мощность эквивалентной дозы используемой при проектировании защиты

Категория облучаемых лиц		Назначение помещения	Продолжительность Облучения, ч/год	Проектируемая мощность дозы, мкЗв/ч
Персонал	Группа А	Постоянное пребывание	700	6,0
		Временное пребывание	850	12

	Группа Б	Помещение организации и санитарно-защитной зоны где находится персонал группы Б	2000	1,2
Население		Любое другое помещение и территория	8800	0,06

Работы с закрытыми источниками предполагают:

- определение требований к размещению и оборудованию помещений;
- использование системы статических (оборудование, стены) барьеров.

Проведение серии экспериментов с использованием источников ионизирующего излучения допускается только по описаниям порядков проведения измерений. К проведению экспериментов допускают после:

- обязательного предварительного и периодического ежегодного медицинского осмотра;
- обучения правилам безопасного ведения работ и правилам личной гигиены.

Инструктаж и проверка знаний безопасности работы и личной гигиены проводятся до начала работ и периодически не реже одного раза в полгода. Результаты проверки знания инструкций регистрируются в специальном журнале.

Отдел радиационной безопасности должен проверить перед началом экспериментов комплекс защитных мероприятий в лабораториях. Обо всех нарушениях в работе оборудования, несоответствии индивидуальных средств защиты, предъявляемым к ним требованиям сотрудники обязаны немедленно докладывать руководителю работ.

7. Поражение электрическим током. Электробезопасность – система организационных и технических мероприятий [26] и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока, электрической дуги, электромагнитного поля и

статического электричества. Безопасной для человека является величина переменного тока – 10мА, постоянного – 50мА, безопасное напряжение 12В.

При проведении компьютерных исследований использовалась аппаратура, питание которой осуществляется от сети с напряжением 220В. Оборудование лаборатории является низковольтным. По наличию признаков электрических опасностей – помещение относится к категории помещений с пониженной опасностью. Для предотвращения выхода из строя компьютеров вследствие бросков напряжения питающей сети, а также, для обеспечения сохранности данных при аварийном отключении сети, питание осуществляется через источник бесперебойного питания UPS. Спектрометр типа СРВ-1 также питается от сети 220В через стабилизатор сетевого напряжения, а также через источник бесперебойного питания.

Анализ опасности электрических сетей практически сводится к определению значения тока, протекающего через тело человека в различных условиях, в которых может оказаться человек при эксплуатации электрических сетей. При прохождении электрического тока через тело человека могут возникнуть повреждения организма. Действие тока на организм человека может быть местным и общим. Общее (рефлекторное) поражение - электрический удар, представляет для человека наибольшую опасность: нарушается работа центральной нервной и сердечно-сосудистой систем, что приводит к фибрилляции и параличу сердца, а также к остановке дыхания. Характер и последствия поражения зависят от величины, частоты и пути прохождения тока; продолжительности воздействия. Своевременно оказанная помощь при поражении током позволяет сохранить жизнь пострадавшему. Поэтому помощь должна быть оказана немедленно. При оказании первой помощи пострадавшего необходимо отсоединить от токоведущей части, одновременно защищая себя от опасности контакта с тоководами. В первую очередь надо отключить ток. При легких поражениях пострадавшего следует вынести на свежий воздух. Если

дыхание очень резкое и судорожное, необходимо сделать искусственное дыхание. При остановке дыхания и отсутствии пульса делают искусственное дыхание и непрямой массаж сердца. Затем необходима госпитализация.

Во избежание травматизма следует, соблюдать следующие правила:

- 1) Должна быть изучена инструкция по эксплуатации аппаратуры. Перед каждым включением производится осмотр рабочего места;
- 2) Обращать особое внимание на последовательность включений и выключения питания отдельных узлов;
- 3) Все узлы вычислительного комплекса должны быть заземлены через контур заземления;
- 4) Контур заземления периодически проверяется на электрическое сопротивление.

5.3 Экологическая безопасность

5.3.1 Анализ влияния объекта исследования на окружающую среду

Охрана окружающей среды - комплексная проблема и наиболее активной формой ее решения является сокращение вредных выбросов промышленных предприятий через полный переход к безотходным или малоотходным технологиям производства. В нашем исследовании основную роль занимает рентгенофлуоресцентный спектрометр типа СРВ-1. Спектрометр оказывают влияние на окружающую среду потреблением электроэнергии, наличием редкоземельных металлов в своей конструкции, а также необходимостью правильной раздельной утилизации. Также не стоит обходить стороной момент производства вышеупомянутого оборудования, который несёт в себе значительную нагрузку на экологию окружающей среды.

5.3.2 Анализ «жизненного цикла» объекта исследования

Оценка жизненного цикла может быть определена, как метод, изучающий экологические аспекты и потенциальное воздействие объекта исследования или процессов в течение всего его жизненного цикла, начиная с

добычи сырьевых материалов, процессов производства, до утилизации. На рисунке 20 показана общая система жизненного цикла.



Рисунок 20 - Концепция оценки жизненного цикла продукции

Анализ «жизненного цикла» рентгенофлуоресцентного спектрометра можно разбить на несколько этапов:

1. Производство оборудования:

- использование в качестве сырья конструкционных металлов, редкоземельных металлов и прочих материалов;
- потребление энергоресурсов, а также других сопутствующих производству ресурсов (водоснабжение, теплоснабжение и др.);
- реализация оборудования конечному потребителю (выбросы в атмосферу, потребление ГСМ и др.).

2. Эксплуатация оборудования:

- потребление электроэнергии.

3. Утилизация оборудования:

- отходы.

5.3.3 Обоснование мероприятий по защите окружающей среды

Исходя из анализа влияния спектрометра на окружающую среду и анализа «жизненного цикла» спектрометра следует отметить:

- на атмосферу, как область воздействия, оказывает влияние энергопотребление и сопутствующие энергоресурсы производства спектрометра и связанные с ним выбросы в атмосферу, а также задействованная при производстве и реализации логистика.

- на литосферу может оказывать значительное влияние утилизация оборудования с нарушением предписанных норм.

В качестве обоснований мероприятий по защите окружающей среды следует указать на следующие моменты:

- Организовать производство оборудования с соблюдением всех экологических норм. Использовать в производстве современные решения по защите и охране окружающей среды. При реализации использовать логистику с наименьшим влиянием на экологию окружающей среды;

- Принимать меры и технические решения при производстве для снижения энергопотребления объекта исследования;

- При утилизации оборудования заключать контракты с организациями, осуществляющими раздельный сбор отходов, который в свою очередь обеспечит экономичное использование материалов при повторном использовании.

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

5.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть при исследовании объекта

Самым распространенным видом ЧС является пожар. Под пожаром понимают неконтролируемое горение, причиняющее материальный ущерб, вред жизни и здоровью людей, интересам общества, государству. Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, статическое электричество и т. д.

Эксплуатация компьютерной техники и лабораторного оборудования сопряжена с опасностью в виде различного рода возгораний, поэтому пожарная безопасность при работе с компьютером очень важна. Пожарная

безопасность при работе на автоматизированном рабочем месте оператора предусматривает осторожность при обслуживающих, ремонтных и профилактических работах, так как во время таких работ использование различных смазочных материалов, легко воспламеняющихся жидкостей, прокладок, временных электропроводок крайне опасно, как и проведение пайки и чистки отдельных узлов и деталей. Избежать дополнительной пожарной опасности поможет соблюдение соответствующих мер пожарной профилактики.

5.4.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС

Для целей обеспечения пожарной безопасности, эксплуатация спектрометра связана с необходимостью проведения обслуживающих, ремонтных и профилактических работ.

Пожарная профилактика – комплекс организационных и технических мероприятий, направленных на обеспечение безопасности людей, на предотвращение пожара, ограничение его распространения, а также на создание условий для успешного тушения пожара. Успех борьбы с пожаром во многом зависит от его своевременного обнаружения и быстрого принятия мер по его ограничению и ликвидации. В случае аварийной ситуации, а также обнаружении какой-либо неисправности, создающей угрозу оператору, необходимо остановить проведение работы. Руководитель должен быть извещен о прекращении работы в связи с аварийным состоянием установки. Запрещается запускать установку до устранения всех неисправностей. В случае возгорания или взрыва необходимо отключить подачу электропитания, вызвать пожарную охрану и действовать согласно плану ликвидации аварий. Для тушения пожаров используются воздушно-механическая пена, углекислый газ, а также галогидрированные углеводороды. Так как основная опасность – неисправность электропроводки, то при пожаре необходимо немедленно обесточить

электросеть в помещении. Главный рубильник должен находиться в легкодоступном месте. До момента выключения рубильника, очаг пожара можно тушить сухим песком или углекислотными огнетушителями. Одновременно с этим необходимо сбить пламя, охватившее горючие предметы, расположенные вблизи проводников. Водой и химическими пенными огнетушителями горящую электропроводку следует тушить только тогда, когда она будет обесточена. При возникновении пожара обязанности по его устранению должны быть четко распределены между работниками лаборатории.

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды. В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей.

Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации (рисунок 21), порошковых или углекислотных огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к выходу.

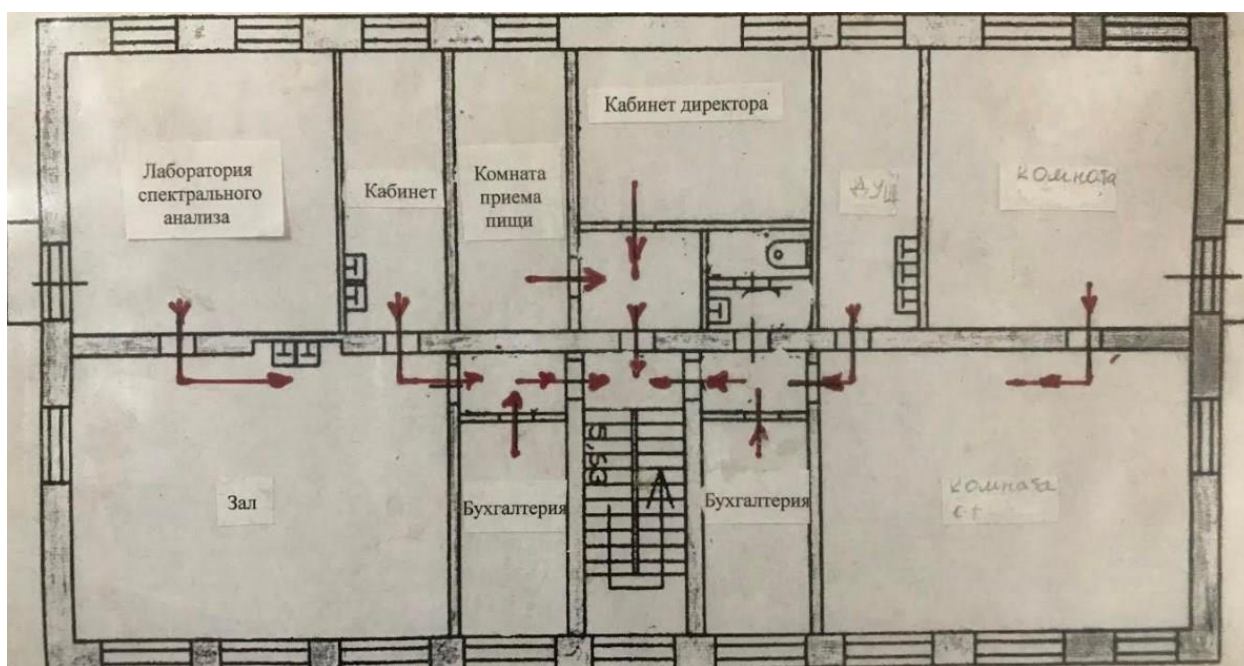


Рисунок 21 – План эвакуации при пожаре и других ЧС из помещений второго этажа

Выводы

В данном разделе были рассмотрены необходимые правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности, изучены необходимые правовые документы в которых регламентируются условия труда, необходимые инструкции по работе со специальным оборудованием, а также гигиенические требования к организации работы. Также проанализированы и выявлены опасные и вредные факторы производственной среды. Обоснованы мероприятия по защите исследователя от опасных и вредных факторов. Рассмотрено влияние всего жизненного цикла объекта исследования на окружающую среду. Также были рассмотрены возможные чрезвычайные ситуации при работе на спектрометре и персональном компьютере поведение в них. Приведен план эвакуации при пожаре и других чрезвычайных ситуациях из помещения, в котором проводились работы.

Выводы

1. Рассмотрены существующие методы определения содержания урана и нитрат-ионов и обоснован выбор РСФА анализа, учитывая его основные преимущества: экспрессность, экономичность и возможность измерения непосредственно в технологическом потоке.

2. Разработан метод экспресс-анализа концентрации урана в движущемся технологическом потоке с использованием метода «стандарт-фона», учитывающим самопоглощение флуоресценции в измеряемом потоке по величине некогерентного рассеяния, выбраны оптимальные условия измерения: $U_{\text{рент.трубки}} = 35\text{кВ}$, $I_{\text{рент.трубки}} = 500\text{мкА}$, $t_{\text{изм}} = 120\text{ сек.}$

3. Разработан метод экспресс-анализа концентрации нитрат-ионов по интенсивностям когерентно и некогерентно рассеянных излучений атомов цинка ($E_{\text{Zn}} = 8630\text{эВ}$) и кадмия ($E_{\text{Cd}} = 23106\text{эВ}$). Отношения интенсивностей когерентно и некогерентно рассеянных излучений определяется концентрацией азота, входящего в состав нитрат-ионов.

4. С целью автоматизации процессов сорбции и десорбции в уранодобывающих предприятиях проведены промышленные испытания ПАП и запуски приборов в эксплуатацию при решении следующих аналитических задач:

- анализ содержания (U, г/л) в технологических потоках СДК-1500;
- анализ содержания (U, г/л) в технологических потоках СНК-3М;
- анализ содержания (U, г/л, NO₃, г/л) в технологических потоках узла приготовления десорбирующего раствора.

Заключение

В данной работе рассмотрены актуальные вопросы определения массовых содержаний урана и нитрат-ионов в технологических потоках уранобывающего производства.

Выявлено, что одним из перспективных направлений в области аналитического контроля уранового производства является определение содержания урана и нитрат-ионов в технологических растворах в режиме реального времени.

Применение проточных аналитических приборов в уранодобывающих предприятиях позволит автоматизировать процессы сорбции и десорбции, снизит экономические затраты, связанные с повышенным расходом реагентов и уменьшит их влияние на окружающую среду, снизит расходы на выполнение химических анализов растворов на содержание в них урана и нитратов-ионов.

Список использованных источников:

1. Добыча урана методом скважинного подземного выщелачивания: учебное пособие/ М.Д.Носков. Северск: Издательство СТИ НИЯУ МИФИ, 2010.-83 с.
2. Добыча урана методом подземного выщелачивания. Баташов Б.Г., Веселова Л.Н., Водолазов Л.И., Губкин Н.В., Зонтов Н.С., Кочетков В.И., Кротков В.В., Атомиздат, Москва, 1980 г., 248 стр.
3. Интенсификация процесса подземного скважинного выщелачивания урана на основе создания модульного перерабатывающего комплекса. Дуйсебаев Б.О., Копбаева М.Н., Панова Е.Н., Смайлов Е.К. М. Журнал: Химическая промышленность, Из-во Теза (Санкт-Петербург), Том: 85, №: 5, 2008 г. Стр.: 256-261
4. Совершенствование пределов сорбции урана и регенерации ионообменной смолы на Навойском горно-металлургическом комбинате. Мустаеф Р.Ю. Научный вестник МГГУ Издательство: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Московский государственный горный университет" (Москва), 2011 г. стр. 79-84
5. Плотников В.А. «Применение метода рентгеноспектрального флуоресцентного анализа для контроля качества сырья и готовой продукции на промышленном предприятии», 2015. – 3с.
6. Руководство по эксплуатации 2063.00.00.00 РЭ «Концентратомер радиоизотопный проточный «Карат-2»», АО «УМЗ», 2004 г.
7. Веригин А.А. Энергодисперсионный рентгеноспектральный анализ. Применение в промышленности. – Томск: Изд-во Томского университета, 2005, 242 с.
8. Волынец В.Ф., Волынец М.П. Аналитическая химия азота: М.-Наука 1997. -312 с.
9. Уильямс У. Дж. Определение анионов. : М. –Химия , -1982, 132-133с, 621с

10. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии/2-е издание: М. Высшая школа.-2002г.-494с.
11. Dwiggins C.W. Quantitative determination of low atomic number elements using intensity ratio of coherent to incoherent scattering of X-Rays determination of hydrogen and carbon // Anal. Chem.. 1961.V. 33, № 1. P. 67-72
12. Определение урана рентгеноспектральным флуоресцентным методом. Москва 1983 г. Мин-во геологии СССР – 5с.
13. Калинин Б.Д., Плотников Р.И., Речинский А.А.. Аналитика и контроль. Т. 15. № 2. 2011.
14. Веригин А.А., Петров В.А. Рентгенофлуоресцентный анализ продуктов технологического передела уранового производства на энергдисперсионном спектрометре СРВ-1В, сб. статей «Физика атомного ядра и частиц», Томск, ТПУ, 2005г.
15. Методика НСАМ № 455РС Определение мышьяка, селена, рубидия, стронция, циркония, ниобия, молибдена, иттрия, тория и урана в горных породах, рудах и продуктах их переработки рентгенофлуоресцентным методом.
16. И.Ф. Михайлов, А.А. Батурин, С.С. Борисова сравнение двух рентгеновских методов измерения углерода в стали: по флуоресценции и рассеянию вопросы атомной науки и техники. 2009. №6. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (18), с. 232-235.
17. СП СЭТОРБ 2019 «Санитарные гигиенические требования по обеспечению радиационной безопасности».
18. ОСП 72/84 (Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений).
19. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы.
20. СанПин 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности НРБ 99-2009.

21. СН 2.2.4/2.1.8.562-96 Санитарные нормы. «Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки».
22. СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение.
23. СанПиН 2.2.4 – 548 – 96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
24. СанПин 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах.
25. Р 2.2.2006-05 Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда.
26. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность.
27. Dwiggins C.W. Quantitative determination of low atomic number elements using intensity ratio of coherent to incoherent scattering of X-Rays determination of hydrogen and carbon // Anal. Chem.. 1961.V. 33, № 1. P. 67-72
28. Uranium for Nuclear Power. Resources, Mining and Transformation to fuel. Introduction to uranium in situ recovery technology. Mark S.Pelizza, Craig S.Bartels, 2016, pages 157-213

Приложение А

Introduction. Chapter 1. Analysis of modern technologies of the uranium mining industry of the Republic of Kazakhstan.

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM81	Троеглазов Степан Валерьевич		

Консультант – лингвист отделения иностранных языков:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Смирнова У.А.			

Introduction

Currently, the cost of processing productive solutions to commercial regenerate is a significant share in the cost of uranium.

The efficiency of sorption extraction of uranium from solutions is determined by the degree of its extraction on anion exchange resin, the maximum saturation of a given chemical composition in uranium from a solution, the kinetics of sorption and desorption processes, the hardware design of the process, the conditions for uranium desorption, and a number of other physicochemical parameters that are inextricably linked and have a corresponding effect on the technological process of extraction and concentration of uranium.

The desorption of uranium from saturated anion exchangers plays a particularly important role. The efficiency of nitrate desorption of uranium is determined by the high selectivity of the absorption of nitrate ions by ion exchangers. The desorption method determines the degree of its concentration and the technology for the subsequent processing of uranium solutions in order to obtain highly pure finished products. The disadvantage of the nitrate desorption process in the current version is expressed in the absence of the technical ability to automate the process, due to the lack of a method of automatic operational control of the content of uranium and nitrate ion in a commodity desorbate, in a stock solution of saturation and a desorption solution, which leads to an excess discharge of uranium into working solutions and excess consumption rates of ammonium nitrate for desorption, as well as additional costs for re-processing (sorption, desorption). In addition, automatic express control of nitrate ions during denitration of the sorbent will optimize the consumption of sulfuric acid.

To measure the concentration of substances in the process stream using a flow-through analytical instrument, X-ray fluorescence analysis is used, based on the fact that each chemical element has a specific radiation spectrum characteristic (characteristic radiation). Therefore, the elemental or atomic composition of a

substance can be determined from the characteristic radiation spectrum, and the atomic concentration of a given element from the intensity of the characteristic radiation lines [27].

The relevance of the work is due to the fact that, at present, traditional electrochemical methods are used to determine the concentration of uranium and nitrates, which are implemented in stationary laboratory conditions and, as a result, require a considerable investment of time from the moment of sampling to obtaining the result.

Moreover, traditional methods are not without drawbacks, both in metrological characteristics and in the complexity of implementation.

Therefore, the development of a method for determining the mass fraction of uranium and nitrates directly in the process stream is relevant.

The scientific novelty of the work lies in the development of a new method to measure nitrates in the process stream directly.

The practical significance of the work lies in the fact that obtaining data on the concentration of uranium and nitrates directly in the process stream will allow us to automate the processes of sorption and desorption, in particular the dosage of the consumption of reagents, which will reduce the economic costs associated with increased consumption of reagents and reduce their impact on the environment, reduce the cost of performing chemical analysis of solutions for the content of nitrates in them.

Chapter 1. Analysis of modern technologies of the uranium mining industry of the Republic of Kazakhstan

1.1 The in-situ recovery (ISR) technology

The in-situ recovery technology has been developed since the beginning of the 20th century and is currently one of the most promising technologies for the extraction of uranium and a number of other metals (gold, copper, rhenium, scandium, molybdenum, etc.). The ISR method [28] for uranium mining is more profitable and convenient. The extraction of uranium by the ISR method has been going on since the mid-20th century. The share of uranium mining by the ISR method on a global scale is 25%. The method has found the most application in Kazakhstan, Uzbekistan and the USA, almost all uranium mining in these countries is carried out by the ISR method. Since 2009, Kazakhstan has been the world leader in natural uranium mining. The national operator of the Republic of Kazakhstan on import-export of uranium is the National Atomic Company Kazatomprom Joint-Stock Company. All uranium deposits of the company are suitable for cost-effective and least environmentally harmful extraction using the PSV method.

Uranium is extracted using a system of technological wells, which are combined into technological cells and blocks. Through injection wells, a leach solution containing reagents capable of dissolving uranium minerals enters. As a result of the physicochemical interaction of uranium minerals with leaching reagents in the underground horizon, a productive solution containing uranium is formed, which is pumped to the surface through a system of pumping wells. In the process of processing the productive solution, uranium is extracted from it, and the remaining stock solution are further fortified with leaching reagents and again fed into injection wells as a working solution. The ISR method as a new, progressive method is currently widely used in Kazakhstan for uranium mining. In a short time, this method went through all stages of research, development and industrial implementation of uranium mining enterprises of the republic.

The technological cycle of uranium mining by the ISR method in the Republic of Kazakhstan includes the following interrelated technological processes: underground leaching of uranium, sorption extraction of uranium from productive solution and the process of desorption of uranium from a saturated sorbent. In accordance with the complex chemical composition of productive solutions and the low content of useful components, the most acceptable option for their processing is sorption methods, which are based on the use of ion exchange.

1.2 Ion exchange

Ion exchange is widely used in uranium mining and purification technologies.

Ion exchange processes for uranium hydrometallurgy in the Republic of Kazakhstan are of particular importance, where they are used in most mining processes. In almost all industries, ion-exchange technology provides the preparation of water for technical needs and the purification of liquid radioactive waste.

In the hydrometallurgy of uranium, especially in the processing of ores with medium and low uranium content, different schemes are used, including ion exchange.

Uranium is extracted both from solutions and pulps obtained by ore leaching at the plant, and from solutions of underground leaching of uranium from ore strata, as well as from mine waters generated during the extraction of uranium ore.

A characteristic feature of uranium-containing ores is a complex composition, including, along with uranium, other valuable components - non-ferrous and rare metals: gold, molybdenum, copper, etc. Therefore, the integrated use of raw materials is one of the most important areas of scientific and technological progress in our country and abroad. To date, technological schemes for the joint extraction of uranium, vanadium, molybdenum, and others from ores have been developed and continue to improve. An important place in the technological chains of obtaining these elements is occupied by sorption redistributions, with the help of

which extraction, separation and concentration of a number of elements are carried out. The hardware design and ways to improve such processes are similar to the processes for extracting uranium from ore materials. Wastewater generated at various stages of hydrometallurgical production can be purified by ion exchange according to various schemes. To date, a significant number of high-performance ion-exchange apparatuses have been developed for wastewater treatment processes that take into account the specifics of such conversions.

Ion exchange has acquired an important role in the technological cycle of uranium mining by the method of underground well leaching. For productive solutions with a low content of useful components, sorption methods that are based on ion exchange technology are a more acceptable option for their processing.

Sorption of uranium from carbonate media is widely used in the uranium industry. Uranium in the carbonate medium is in the form of the tricarbonat anionic complex $[\text{UO}_2(\text{CO}_3)_3]^{4-}$, which is rather efficiently sorbed by the strongly basic anion exchangers AM, AMP, AV-17, VP-1Ap, Dauks-1, Amberlite IPA-400, etc. The sulfuric acid method of leaching uranium feedstock with the addition of a certain amount of oxidizing agents (at atmospheric pressure, in autoclaves at elevated pressure, underground leaching from ores at the place of occurrence) is the most common method of converting uranium into solution. And the presence of uranium in the sulfuric acid medium in cationic and anionic forms creates, as noted above, good prerequisites for the sorption extraction and concentration of uranium from pulps and solutions. Uranium desorption is carried out with solutions of chloride or sodium nitrate. The basic technological scheme of sorption of uranium is presented in Figure 1.

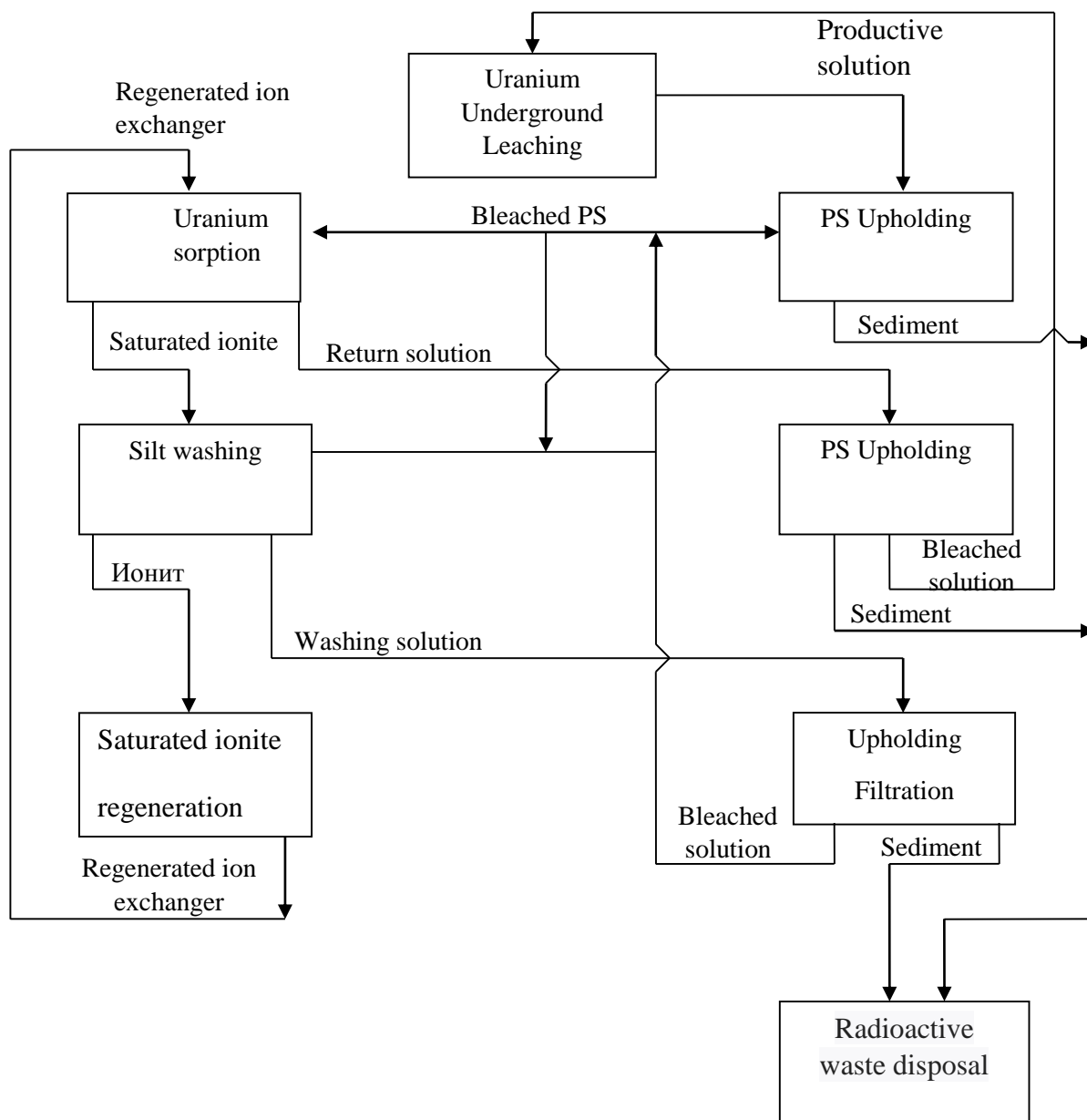


Figure 1 - Schematic diagram of the sorption of uranium by ion exchanger from productive solutions of ISR method.

The determining factors in the technology of sorption extraction of uranium are its concentration in the initial solution, as well as the presence and concentration of anions that have a desorbing effect - sulfates, nitrates, chlorides. Analytical control of these parameters in real time for the sorption process is an important task.

1.2.1 Ion exchangers

The diverse application of the ion exchange process was largely facilitated by a large selection of ion exchange materials with various physicochemical

properties. The right choice of this or that ion-exchange material is the first stage of solving the complex task of creating a new one or improving the existing ion exchange process.

However, the effective use of ion exchange is impossible without the use of modern high-intensity equipment. To carry out various operations, an appropriate number of pieces of equipment is required, interconnected by pipelines to move the ion exchanger and the solution from the apparatus to the apparatus. Another disadvantage is that if the ion exchanger moves inside the column in a continuous dense flow with minimal violation of the parallelism of individual ion exchanger layers (the mixing coefficient is close to zero), then the ion exchanger is intensively mixed outside the column when overloaded from the apparatus into the apparatus. This leads to a distortion of the front of the ion exchange process, to an increase in the height of the equivalent theoretical stage of ion exchange, in other words, to a decrease in the efficiency of ion exchange. One of the ways to increase productivity was the use of devices with alternating phase motion with short-cycle filtration. Thus, the development of a sorption regime with a short filter cycle (which is, in fact, an approximation to the regime of ideal sorption dynamics) made it possible to significantly reduce the one-time loading of the ion exchanger and organize the entire cycle of sorption extraction and concentration of uranium from the initial solution in one apparatus - sorption-desorption column (SDC).